

UNIVERSIDAD NACIONAL MAYOR DE SAN MARCOS

FACULTAD DE QUÍMICA E INGENIERÍA QUÍMICA

E.A.P. DE INGENIERÍA QUÍMICA

**Determinación de los parámetros óptimos de
funcionamiento para un equipo de extracción sólido –
líquido en la extracción de aceite esencial de naranja
usando un sistema de cáscara de naranja – alcohol etílico**

TESIS

para optar el Título Profesional de Ingeniero Químico

AUTOR

Germán Martín Ruiz Garay

Juan José Saavedra Rotta

ASESOR

Ricardo Lama Ramírez

Lima – Perú

2007

Índice General

	Pág.
1. Resumen.....	001
2. Objetivo.....	003
3. Introducción.....	005
4. Principios Teóricos.....	008
4.1 Frutos Críticos en el Perú.....	009
4.1.1 Generalidades.....	009
4.1.2 La Naranja Dulce Variedad "Valencia".....	010
4.1.2.1 Anatomía y componentes del fruto.....	010
4.2 Aceites Esenciales de Cítricos.....	018
4.2.1 Localización y teoría de Formación.....	018
4.2.1.1 Localización.....	018
4.2.1.2 Teoría de formación.....	018
4.2.2 Funciones.....	018
4.2.3 Componentes de los Aceites Esenciales.....	019
4.2.4 Características Físicas-Químicas de un buen Aceite Esencial.....	025
4.2.5 Factores a afectan la calidad de los Aceites Esenciales.....	027
4.2.5.1 Clima y variedad.....	027
4.2.5.2 Madurez de la fruta y período de almacenaje.....	027
4.2.5.3 Método de Extracción.....	028
4.2.5.4 Adulteración.....	028
4.2.6 Factores que Afectan la Cantidad de Aceite de las Cáscaras.....	029
4.2.7 Factores que afectan la Estabilidad de los Aceites Esenciales.....	030
4.2.7.1 Presencia de terpenos y acidez.....	030
4.2.7.2 Temperatura.....	031

4.2.7.3 Metales.....	032
4.2.7.4 Contenido en peróxido.....	033
4.2.7.5 Toma de oxígeno y olor.....	033
4.3 Extracción de Aceites Esenciales.....	033
4.3.1 Métodos Generales de Extracción.....	033
4.3.1.1 Extracción utilizando Fluidos Supercríticos EFS (proceso sobre la cáscara vacía)...	034
4.3.1.2 Extracción por Cold Press-Prensado en frío (proceso sobre la fruta entera).....	035
4.3.1.3 Extracción por Prensa Cónica (proceso sobre la fruta entera).....	037
4.4 Concentración y Desterpenización de los Aceites Esenciales.....	038
4.4.1 Aceites esenciales concentrados.....	038
4.4.2 Aceites desterpenados.....	039
4.5 Aplicación De Los Aceites Esenciales.....	040
5. Parte Experimental.....	041
5.1 Descripción del método utilizado a Nivel Laboratorio.....	042
5.1.1 Equipos y materiales utilizados.....	042
5.1.1.1 Equipo de Extracción.....	042
5.1.1.2 Otros Equipos.....	042
5.1.1.3 Materiales.....	042
5.1.2 Etapas del proceso.....	043
5.1.2.1 Limpieza de la materia prima.....	043
5.1.2.2 Preparación.....	043
5.1.2.3 Acondicionamiento de las partículas.....	044
5.1.2.4 Pesado.....	044
5.1.2.5 Calibración del Espectrofotómetro.....	045
5.1.2.6 Extracción del Aceite Esencial.....	045
5.1.2.7 Determinación de la Curva Patrón de Transmitancia vs. Concentración.....	050

5.2 Descripción del Método utilizado a nivel Planta Piloto.....	051
5.2.1 Equipos y materiales utilizados.....	051
5.2.1.1 Equipo de Extracción.....	051
5.2.1.2 Otros Equipos.....	052
5.2.1.3 Materiales.....	052
5.2.2 Etapas del proceso.....	052
5.2.2.1 Limpieza de la materia prima.....	052
5.2.2.2 Preparación.....	053
5.2.2.3 Acondicionamiento de las partículas.....	053
5.2.2.4 Pesado.....	054
5.2.2.5 Calibración del Espectrofotómetro.....	054
5.2.2.6 Extracción del Aceite Esencial.....	054
5.2.2.7 Determinación de la Curva patrón de Transmitancia vs. Concentración.....	058
6. Discusión de Resultados.....	059
7. Conclusiones.....	064
8. Recomendaciones.....	066
9. Anexos.....	068
Información Básica.....	069
Tablas.....	075
Graficas.....	106
Bibliografía.....	165

Índice de Tablas

Tabla	Pág.
Tabla # 01: Datos de referencia - Características del aceite esencial según el método de extracción.....	76
Tabla # 02: Datos de referencia - Comparación de resultados obtenidos a diferentes tamaños de naranjas.....	77
Tabla # 03: Determinación de la ecuación ajustada para la relación transmitancia - concentración.....	78
Tabla # 04: Datos experimentales obtenidos con un d. part = 0.3252cm (Laboratorio).....	79
Tabla # 05: Repetibilidad de valores para d. part 0.3252cm (Laboratorio).....	81
Tabla # 06: Datos experimentales obtenidos con un d. part = 0.7256cm (Laboratorio).....	82
Tabla # 07: Repetibilidad de valores para d. part 0.7256cm (Laboratorio).....	84
Tabla # 08: Datos experimentales obtenidos con un d. part = 0.6068cm (Laboratorio).....	85
Tabla # 09: Repetibilidad de valores para d. part 0.6068 cm (Laboratorio).....	87
Tabla # 10: Datos experimentales obtenidos con un d. part = 0.3168cm (Laboratorio).....	88

Tabla # 11: Repetibilidad de valores para d. part 0.3168 cm (Laboratorio).....	90
Tabla # 12: Datos experimentales obtenidos con un d. part = 0.2048cm (Laboratorio).....	91
Tabla # 13: Repetibilidad de valores para d part 0.2048cm (Laboratorio).....	93
Tabla # 15: Determinación de parámetros óptimos para resultados con d. part = 0.3252 cm (Laboratorio).....	94
Tabla # 16: Determinación de parámetros óptimos para resultados con d. part = 0.7256 cm (Laboratorio).....	95
Tabla # 17: Determinación de parámetros óptimos para resultados con d. part = 0.6068 cm (Laboratorio).....	96
Tabla # 18: Determinación de parámetros óptimos para resultados con d. part = 0.3168 cm (Laboratorio).....	97
Tabla # 19: Determinación de parámetros óptimos para resultados con d. part = 0.2048 cm (Laboratorio).....	98
Tabla # 20: Rendimientos óptimos obtenidos.....	99
Tabla # 21: Determinación de parámetros óptimos de operación (Laboratorio).....	100
Tabla # 22: Datos experimentales obtenidos (Planta Piloto).....	101
Tabla # 23: Repetibilidad de valores para d. part 0.7256 cm (Planta Piloto).....	103

Tabla # 24: Datos experimentales obtenidos con un S/L y diámetro de partículas variables.....	104
---	-----

Tabla # 25: Rendimientos óptimos obtenidos.....	105
---	-----

Índice de Gráficas

Gráfica	Pág.
Gráfica # 01: Importaciones de aceite esencial de naranja por mes (1997 - 2006).....	107
Gráfica # 02: Importaciones de aceite esencial de naranja por destino (1997 - 2006).....	108
Gráfica # 03: Curva de calibración del espectrofotómetro "Spectronic 20".....	109
Gráfica # 04: Determinación de la curva estándar de transmitancia vs. concentración.....	110
Gráfica # 05: Linealización de la relación entre la transmitancia y la concentración.....	111
Gráfica # 06: Comparación de los rendimientos a diferentes S/L d part = 0.3252cm (Laboratorio).....	112
Gráfica # 07: Comparación de los rendimientos a diferentes S/L d part = 0.7256cm (Laboratorio).....	113
Gráfica # 08: Comparación de los rendimientos a diferentes S/L d part = 0.6068cm (Laboratorio).....	114
Gráfica # 09: Comparación de los rendimientos a diferentes S/L d part = 0.3168cm (Laboratorio).....	115
Gráfica # 10: Comparación de los rendimientos a diferentes S/L d part = 0.2048cm (Laboratorio).....	116

Gráfica # 11: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.3252 - S/L =0.010 (Laboratorio).....	117
Gráfica # 12: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.3252 - S/L =0.020 (Laboratorio).....	118
Gráfica # 13: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.3252 - S/L =0.025 (Laboratorio).....	119
Gráfica # 14: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.3252 - S/L =0.030 (Laboratorio).....	120
Gráfica # 15: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.3252 - S/L =0.035 (Laboratorio).....	121
Gráfica # 16: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.3252 - S/L =0.040 (Laboratorio).....	122
Gráfica # 17: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.3252 - S/L =0.045 (Laboratorio).....	123
Gráfica # 18: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.3252 - S/L =0.050 (Laboratorio).....	124
Gráfica # 19: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.7256 cm, S/L =0.010 (Laboratorio).....	125
Gráfica # 20: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.7256 cm, S/L =0.020 (Laboratorio).....	126
Gráfica # 21: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.7256 cm, S/L =0.025 (Laboratorio).....	127
Gráfica # 22: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.7256 cm, S/L =0.030 (Laboratorio).....	128

Gráfica # 23: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.7256 cm, S/L =0.035 (Laboratorio).....	129
Gráfica # 24: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.7256 cm, S/L =0.040 (Laboratorio).....	130
Gráfica # 25: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.7256 cm, S/L =0.045 (Laboratorio).....	131
Gráfica # 26: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.7256 cm, S/L =0.050 (Laboratorio).....	132
Gráfica # 27: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.6068 cm, S/L =0.010 (Laboratorio).....	133
Gráfica # 28: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.6068 cm, S/L =0.020 (Laboratorio).....	134
Gráfica # 29: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.6068 cm, S/L =0.025 (Laboratorio).....	135
Gráfica # 30: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.6068 cm, S/L =0.030 (Laboratorio).....	136
Gráfica # 31: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.6068 cm, S/L =0.035 (Laboratorio).....	137
Gráfica # 32: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.6068 cm, S/L =0.040 (Laboratorio).....	138
Gráfica # 33: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.6068 cm, S/L =0.045 (Laboratorio).....	139
Gráfica # 34: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.6068 cm, S/L =0.050 (Laboratorio).....	140

Gráfica # 35: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.3168 cm, S/L =0.010 (Laboratorio).....	141
Gráfica # 36: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.3168 cm, S/L =0.020 (Laboratorio).....	142
Gráfica # 37: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.3168 cm, S/L =0.025 (Laboratorio).....	143
Gráfica # 38: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.3168 cm, S/L =0.030 (Laboratorio).....	144
Gráfica # 39: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.3168 cm, S/L =0.035 (Laboratorio).....	145
Gráfica # 40: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.3168 cm, S/L =0.040 (Laboratorio).....	146
Gráfica # 41: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.3168 cm, S/L =0.045 (Laboratorio).....	147
Gráfica # 42: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.3168 cm, S/L =0.050 (Laboratorio).....	148
Gráfica # 43: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.2048 cm, S/L =0.010 (Laboratorio).....	149
Gráfica # 44: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.2048 cm, S/L =0.020 (Laboratorio).....	150
Gráfica # 45: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.2048 cm, S/L =0.025 (Laboratorio).....	151
Gráfica # 46: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.2048 cm, S/L =0.030 (Laboratorio).....	152

Gráfica # 47: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.2048 cm, S/L =0.035 (Laboratorio).....	153
Gráfica # 48: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.2048 cm, S/L =0.040 (Laboratorio).....	154
Gráfica # 49: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.2048 cm, S/L =0.045 (Laboratorio).....	155
Gráfica # 50: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part = 0.2048 cm, S/L =0.050 (Laboratorio).....	156
Gráfica # 51: Comportamiento del rendimiento en función del Dp (Laboratorio).....	157
Gráfica # 53: Comparación de los rendimientos a diferentes S/L y diferentes diámetros de partículas (Planta Piloto).....	158
Gráfica # 54: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part =1.563 - S/L =0.0015 (Planta Piloto).....	159
Gráfica # 55: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part =1.241 - S/L =0.0030 (Planta Piloto).....	160
Gráfica # 56: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part =0.985 - S/L =0.0055 (Planta Piloto).....	161
Gráfica # 57: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part =1.420 - S/L =0.0075 (Planta Piloto).....	162
Gráfica # 58: Determinación del tiempo y rendimiento máximos d part =1.789 - S/L =0.0100 (Planta Piloto).....	163
Gráfica # 59: Comportamiento del rendimiento en función del Dp (Planta Piloto).....	164

1. Resumen

La operación de extracción se ha evaluado inicialmente en el Laboratorio como método referencial. Tales ensayos de laboratorio, se realizaron para comprender la operación de extracción más que para obtener parámetros de referencia para las posteriores pruebas a nivel planta piloto. Por tanto, con la finalidad de obtener la mayor cantidad de datos posibles que tengan alto grado de representatividad, las corridas se llevaron a cabo para diferentes valores de la relación (S/L), desde 0.01 hasta 0.05 (g cáscara naranja/ml etanol), contando para ello con tamaños de partícula para cada kit de trabajo, siendo estos: 0.3252cm., 0.3168cm., 0.6068cm., 0.7256cm. y 0.2048cm. El proceso de muestreo se realizó teniendo en cuenta lapsos de 15 minutos para un periodo total de extracción de 120 minutos. De los resultados obtenidos se concluye, que la relación (S/L) óptimo de operación es 0.040 (g cáscara naranja/ml etanol) con un rendimiento en aceite esencial de 0.84 % para la cáscara de naranja, para un tiempo de 84 minutos y con un tamaño de partícula de 0.6068 cm. Posteriormente se realizaron pruebas a nivel planta piloto, utilizando un extractor sólido - líquido, perteneciente al Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Facultad de Química e Ingeniería Química de la UNMSM. Tales pruebas se realizaron considerando los siguientes diámetros de partícula: 1.5630cm., 1.2410cm., 0.9850cm., 1.420cm. y 1.7890cm., considerando ratios (S/L) de 0.0015, 0.0030, 0.0055, 0.0075 y 0.0100 (g cáscara naranja/ml. etanol) respectivamente. De los resultados obtenidos a partir de las pruebas a nivel planta piloto, mas que valores óptimos puntuales, se logró confirmar el comportamiento en general de un sistema de este tipo, que en definitiva, sirve como base para la aplicación a nivel macro de un proceso de extracción similar.

2. Objetivo

El objetivo del presente proyecto de Tesis es establecer los parámetros óptimos de operación en la extracción del aceite esencial de la cáscara de naranja, tales como la relación (S/L), el tamaño de partícula (D_p) y el tiempo de extracción, mediante la obtención de una mezcla rica en aceite esencial de naranja, a partir de cáscaras de naranja, mediante la utilización de un equipo de extracción Sólido-Líquido.

Cabe resaltar que este estudio fue motivado por la creciente demanda de aceite esencial de naranja, a nivel nacional y mundial, y a la vez a la poca investigación realizada en nuestro medio respecto a este tema. En virtud a esto es que el presente proyecto busca brindar pautas claras y tangibles respecto al mencionado método de extracción, para que de este modo a futuro, sirvan en como guía para el desarrollo e investigación sobre nuevos métodos, que brinden mejores resultados, que a su vez permitan explotar este creciente campo, y poder con esto lograr impulsar mas aun el desarrollo de nuestro país.

3. Introducción

En nuestro país se han desarrollado un buen número de industrias que procesan la naranja; pero la corteza o cáscara no ha sido aprovechada racionalmente por ellas. Pues la utilizan en un mínimo porcentaje en la elaboración de mermeladas o simplemente la desechan después de extraerla el jugo a la fruta. Es decir no se aprovecha debidamente el subproducto presente en la cáscara, que son los aceites esenciales, los cuales tienen una gran demanda en nuestro país, como se puede comprobar en los Anuarios de Importaciones y Exportaciones de la Asociación de Exportadores ADEX (ver Grafica #01), las importaciones de aceite esencial de naranja hasta el ultimo trimestre de 2006 llegaron a superar los 150000 Kg. (por mes) lo que representa mas de US \$800000 (por mes) de valor FOB sin incluir los derechos a la importación; cabe resaltar que casi el 90% de las importaciones se realizan de países como Brasil, EEUU y el Reino Unido (ver Grafica #02).

Por otro lado se sabe que nuestro territorio presenta una naturaleza favorable en muchas zonas para el desarrollo de los frutos cítricos, siendo por ello los frutales de mayor abundancia en especial la naranja.

El presente estudio fue motivado por éstas y por otras consideraciones; y estuvo orientado hacia la búsqueda de un mejor aprovechamiento industrial de la naranja, así como de la determinación y evaluación de los parámetros óptimos de funcionamiento del Equipo de Extracción requeridos para la correcta obtención de aceite obtenido de la cáscara de la naranja variedad **Valencia**.

Los frutos usados como materia prima fueron obtenidos en un supermercado común, para de esta manera poder tener una muestra lo suficientemente promedio de todas las calidades de naranja Valencia que se pueda encontrar.

4. Principios Teóricos

4.1 FRUTOS CITRICOS EN EL PERÚ

4.1.1 Generalidades

En el Perú se cultiva citricos desde que fueron traídos por los españoles. Se cultivan muchas especies y variedades, pero la naranja dulce y el limón sutil predominan muy marcadamente en los sembríos y en el consumo.

Los citricos pueden cultivarse en todo el territorio con excepción de las áreas frías de la Sierra. Los 2000 metros constituyen un límite en las quebradas y valles andinos para el cultivo de naranjas, aún cuando a esta altura los frutos son más ácidos. El limón sutil y las limas pueden cultivarse a alturas un poco mayores.

De acuerdo a los datos de la Oficina de Estadística del ministerio de Agricultura, en 1990 existían en el país 35809 hectáreas de citricos, en producción, de donde se obtuvo fruta por valor de 59 millones de nuevos soles. Por otro lado, el área total de citricos estaba compuesta de 20740 Ha de naranjos, con una producción valorizada (en chacra) en 34 millones de nuevos soles; 9111 Ha de limón sutil, con una producción por valor de 15 millones de nuevos soles; y 5958 Ha de "otros cítricos" con un valor de producción de 10 millones de nuevos soles. En este último rubro las limas constituyen el área mayor, luego mandarinas y por último las toronjas, limones y sidras.

El sembrío de cítricos y particularmente de naranjos se realiza en las áreas que reúnen condiciones de clima y suelos apropiados. Áreas de esta condición existen en la Selva en exceso; sobre cualquier expansión posible en la demanda

interna, son los medios de transporte y otras facilidades, los que limitan nuevas plantaciones a sectores especiales. El mercado de Lima y el de las mayores ciudades de la Costa determina actualmente las áreas comercialmente más favorables. Esto explica que la región del centro selvática y costera sean las mayores productoras de naranja; siendo en lo otros cítricos, el limón sutil el de mayor producción

4.1.2 La Naranja Dulce Variedad "Valencia"

La naranja valencia se encuentra clasificada dentro de la especie ***citrus aurantium*** (denominación biológica) la cual ocupa una posición dominante en la industria de los cítricos, ya que ningún otro fruto es tan apreciado y consumido.

En nuestro país es la especie cítrica que se encuentra en mayor producción; según datos del Ministerio de Agricultura, las mayores cosechas provienen de los valles de Satipo y Chanchamayo. Existiendo también una buena producción en ciertos valles de la Costa.

En Chanchamayo se estima que la producción está constituida por 90% de naranja valencia y 10% de variedades criollas.

4.1.2.1 Anatomía y componentes del fruto

Si realizamos un corte transversal al fruto se observan las siguientes regiones (Fig. 1 y2):

- El epicarpio o flavedo
- El mesocarpio o albedo
- El endocarpio (porción comestible)

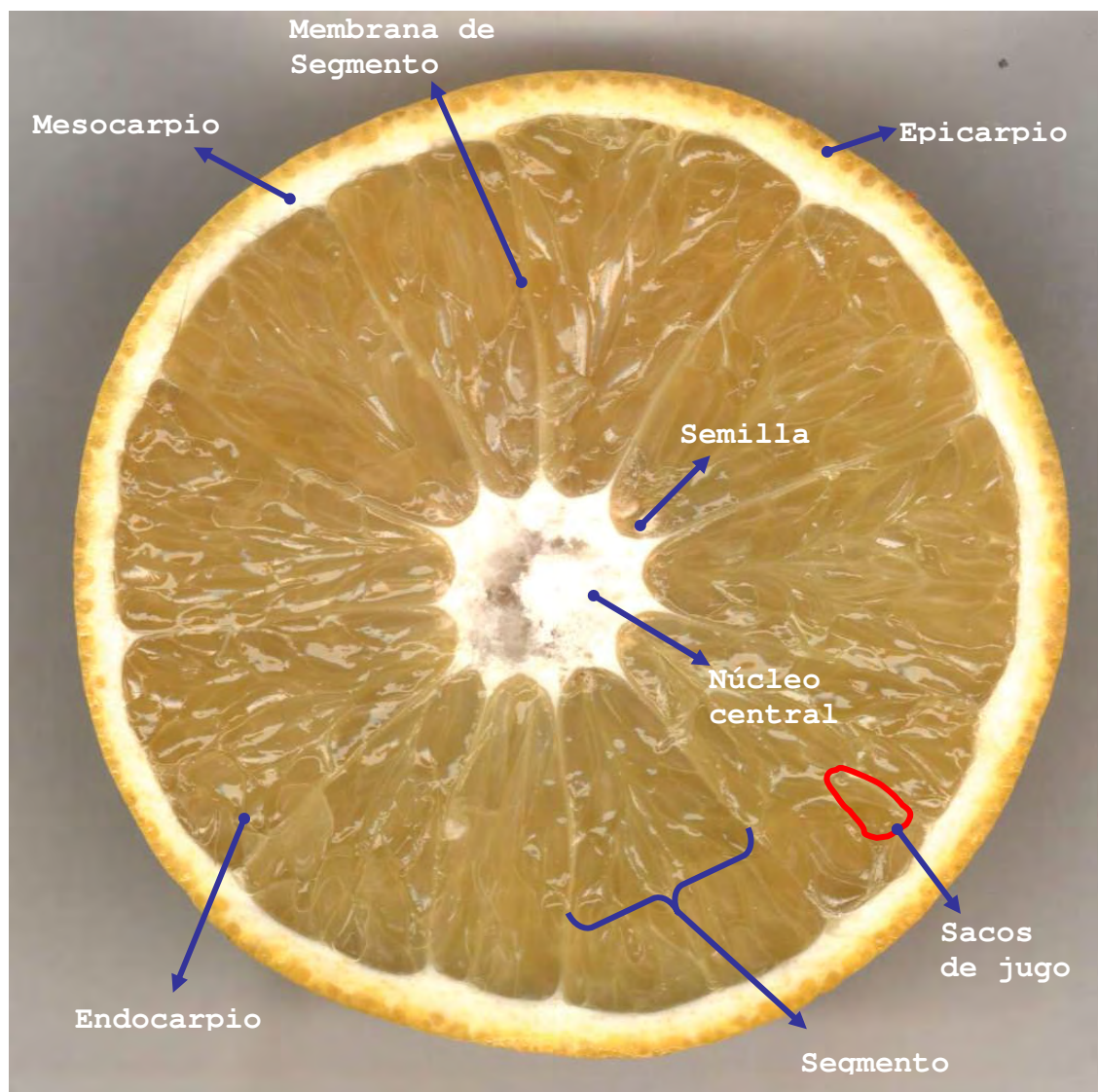


Fig. 1: Corte transversal de la naranja

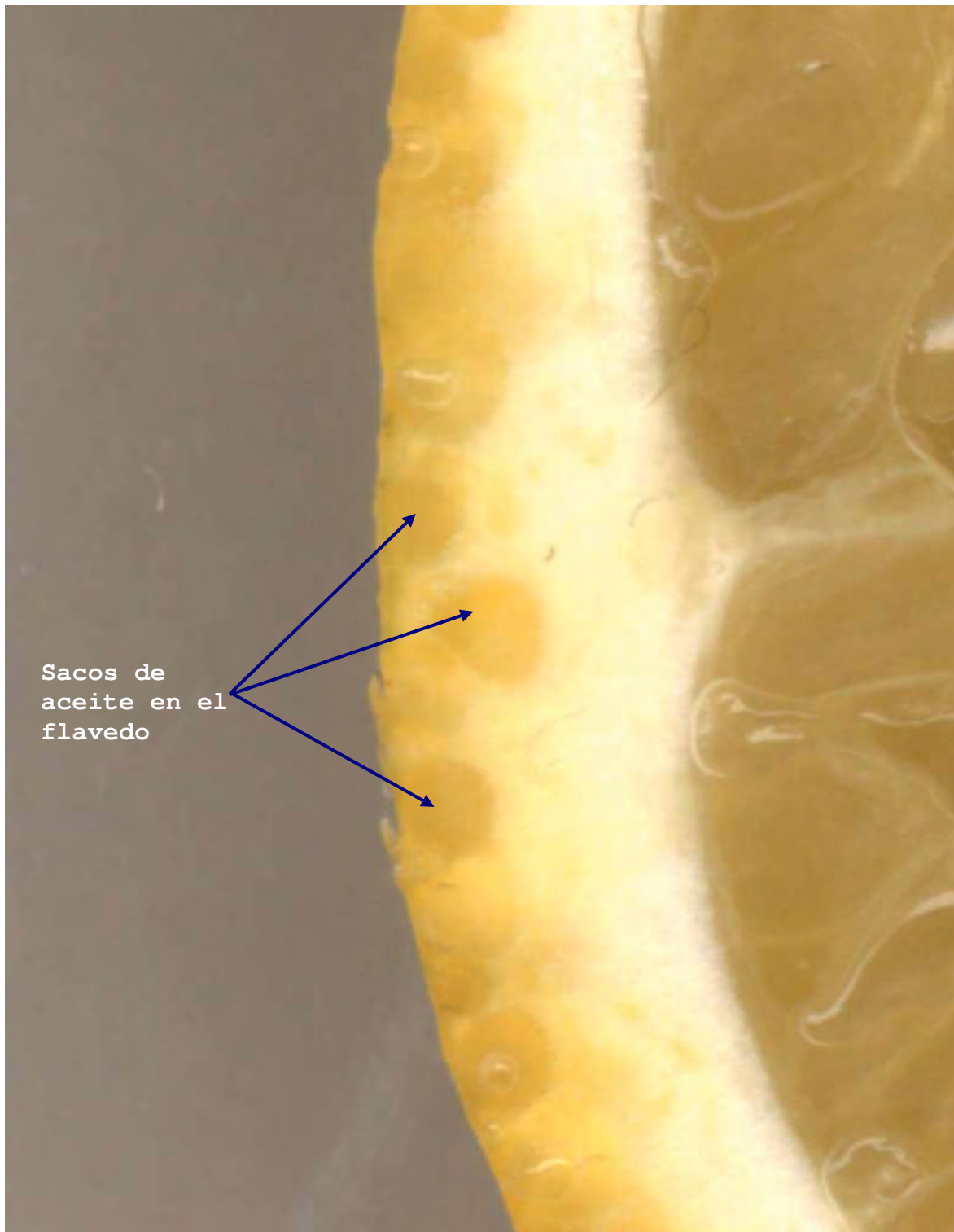


Fig. 2: Vista microscópica de la cáscara de naranja

Epicarpio

Todos los frutos cítricos tienen una capa continua de células epidérmicas con una gruesa cutícula que contienen los estomas. Debajo de esta epidermis está el epicarpio o flavedo, es decir, una capa parenquimatosa rica en cloroplastos y que contiene numerosos sacos de aceite esencial. Un examen al microscopio muestra que el pigmento no está igualmente distribuido por todas las células sino que se concentra en los llamados plastidios que son verdes (cloroplastos) en los frutos no maduros y que gradualmente se hacen amarillos o anaranjados (cromoplastos - plastidios de color diferente al verde) según progresa la maduración. Los cloroplastos varían en tamaño, pero los más frecuentes tienen un diámetro de 5 micras no están constituidas por materia colorante sólida, sino parecen ser estructuras esponjosas en las que la clorofila y los otros pigmentos forman una malla, principalmente en la superficie que permite a los plastidios absorber tanta luz como sea posible.

Junto a los cromoplastos hay numerosos sacos o glándulas de esencia, los cuales están situados irregularmente a diferentes profundidades del epicarpio (flavedo) de todos los frutos cítricos. Estas glándulas o receptáculos intercelulares canaliformes cuyo diámetro varía de 0.4 a 0.6 milímetros no tienen paredes del tipo corriente sino que están limitados por tejidos degradados.

Por otro lado no presentan comunicación alguna con los tejidos que lo circundan.

Las células que rodean a las glándulas de esencia contienen una solución acuosa de azúcares, sales y coloides y ejercen cierta presión sobre las últimas, por eso, la glándula contiene la esencia sometida a una presión de turgencia pronunciada. Esta fuerza de turgencia, desempeña un papel, importante en todos los métodos existentes de extracción de los aceites esenciales de cítricos.

Mesocarpio

Penetrando más allá de la parte coloreada de la corteza de los frutos cítricos, se llega a una capa de color blanco, esponjosa y parenquimatosa (mesocarpio), que se conoce generalmente con el nombre de albedo. En la maduración del fruto, las células del albedo se vuelven más alargadas y divididas, formando una intrincada malla de células, con argos espacios intercelulares, las cuales dan a la corteza madura si textura esponjosos. Esta capa esponjosa juega un importante rol en la extracción del aceite, pues fácilmente absorbe el aceite expulsado de los sacos, causando ciertas dificultades mecánicas.

El albedo viene a constituir del 20 al 60% de la totalidad del fruto, variando el grosor de la corteza de unos a otros. Por ejemplo para los limones varía de 2 a 8 mm. y en las naranjas de 4 a 12 mm.

El albedo fresco contienen un 75 a 80% de agua, mientras que sus principales componentes, calculados en relación con la materia seca, están distribuidos aproximadamente de la siguiente forma: azúcares en frutos maduros 44%, celulosa (incluyendo lignina y pentosanas) 33%, y sustancias pécticas 20%.

Las sustancias pécticas están compuestas en su mayor parte de largas cadenas de ácidos poligalacturónicos de diferentes grados de esterificación y neutralización, y muestran grandes variaciones en cuanto a sus solubilidad en agua. La propiedad característica de las pectinas es la formación de enlaces con el azúcar y los ácidos.

Desde el punto de vista comercial; la pectina es el compuesto más importante de albedo, y de él se obtiene ahora en grandes cantidades en forma de polvo, para su utilización como ingrediente de gran utilidad en la fabricación de mermeladas y jaleas, como agente adhesivo y como activo encapsulante en la deshidratación de alimentos y líquidos.

La pectina siendo un coloide por excelencia tiene la propiedad de embeber grandes cantidades de agua. Esta propiedad hidrofílica es aprovechada en el secado de jugos de frutas, los cuales al

ser tratados de manera convencional son tremendamente higroscópicos.

El albedo del fruto cítrico también contienen una proporción relativamente elevada de ácido

Endocarpio

Debajo de las capas que constituyen el flavedo y el albedo, o parte interior de los frutos cítricos se encuentra la porción comestible, consistente en segmentos (carpelos, gajos) distribuidos alrededor de la médula blanca o eje central de la misma consistencia y composición del albedo. Cada uno de estos segmentos se halla envuelto por una delgada membrana carpelar, formada por un tejido de origen epidérmico.

Estrechamente acopladas en el interior de los segmentos y unidas a las paredes con pequeñas papilas capilares, se encuentran las vesículas multicelulares que contienen el jugo de paredes extremadamente delgadas y con forma de porra. Estos segmentos constituyen el endocarpio de los frutos cítricos.

En los jugos de los cítricos, el color debe principalmente a los carotenoides xantofilia y caroteno. La proporción existente de estos dos carotenoides determina el color del jugo, que se hace anaranjado tanto más pronunciado, a medida que aumenta el contenido en xantofila.

Los jugos de diferentes variedades de la misma especie del género Citrus poseen matrices de color completamente diferentes que en alguna extensión están también influenciadas por el país de origen.

La naturaleza de los componentes responsables del aroma característico de los jugos de cítricos recién extraídos es aún desconocida, parece deberse a ciertas sustancias que se hallan en los mismos y cuya composición es completamente diferente a los aceites esenciales de la corteza. Aunque cabe mencionar que existen nuevos avances de la ciencia en esta determinación.

La acidez de los frutos cítricos se debe principalmente a la presencia de ácido cítrico, pudiéndose encontrar ácido málico, oxálico y tartárico.

Después de los ácidos, los componentes más importantes de los jugos cítricos son los azúcares. En los limones y en las limas, los ácidos representan la mayor parte de los sólidos (7% de un total de 9% aproximadamente); por el contrario en las naranjas son los azúcares los que constituyen la principal porción de los sólidos (aproximadamente de 8 a 9% de un total de 11 a 12%). Hay grandes variaciones en el contenido de azúcar de las distintas variedades de jugos cítricos. En algunas variedades de naranja, se sabe que el jugo contiene por encima

del 15% de azúcares totales, mientras que otras que se cultivan en las islas Filipinas no contienen en absoluto nada de azúcar.

4.2 ACEITES ESENCIALES DE CÍTRICOS

4.2.1 Localización y teoría de Formación

4.2.1.1 Localización

En sacos o glándulas de esencia situados en el flavedo.

4.2.1.2 Teoría de formación

Es todavía un problema el saber si los aceites esenciales se forman en las células epidérmicas, en algunas membranas resinógenas no conectadas con el plasma, o si es el plasma de las células vivas el responsable de esta secreción, se cree que, en general, los aceites esenciales se mueven de un sitio a otro en el interior de la planta durante el proceso de crecimiento.

4.2.2 Funciones

La función fisiológica de los aceites esenciales en la planta no está bien definida. Mientras puede atribuirse al principio odorífero de las hojas o de las flores cierta utilidad para atraer insectos a su polen, ninguna propiedad análoga se puede aplicar a la esencia presente en otras partes de la planta. La esencia puede posiblemente actuar como protección al ataque de insectos, pero parece más satisfactorio en ausencia de cualquier prueba definida, considerar a los aceites esenciales, igual que a los

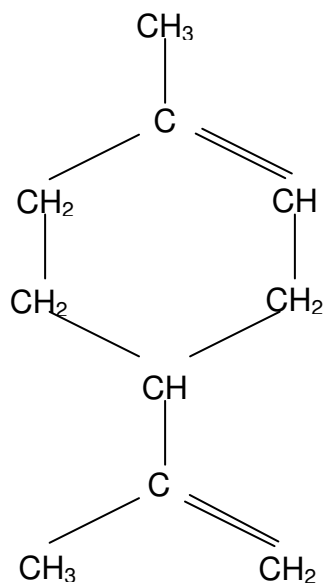
alcaloides y taninos, como productos de desecho del metabolismo de las plantas.

4.2.3 Componentes de los Aceites Esenciales

Las esencias de los cítricos son aceites volátiles o esenciales típicos, constituidos por mezclas de terpenos, sesquiterpenos, alcoholes superiores, aldehídos, cetonas, ácidos, ésteres y alcanfores o ceras.

Terpenos

Los aceites esenciales de los cítricos están constituidos principalmente por hidrocarburos, llamados terpenos, de fórmula general $C_{10}H_{16}$ y por una cantidad menor de sesquiterpenos ($C_{15}H_{24}$), estos dos componentes actúan como soportes para los componentes oxigenados (alcoholes, aldehídos, cetonas, ácidos y ésteres), que son usualmente los portadores del olor característico de la esencia en la que están contenidos. Dentro de los principales terpenos tenemos el **d-limoneno** cuya fórmula estructural es:



Representa el 90% aproximadamente de la esencia de naranja, de la que puede obtenerse de la forma más pura. Está contenido, igualmente, en todas las demás esencias de cítricos. Cuando ha sido purificado cuidadosamente éste hidrocarburo posee un agradable olor a limón.

Pineno

Que se le encuentra en la esencia de limón.

Canfeno

Se encuentra en la forma de 1-canfeno en la esencia de limón.

Terpineno

Como gama-terpineno en la esencia de limón.

Felandreno

En forma de B-felandreno en la esencia de limón.

Sesquiterpenos

Dentro de los cuales tenemos:

- Bisaboleno, que es el más importante, se le encuentra en la esencia de limón.
- Cadineno, también en la esencia de limón, es un sesquiterpeno dicíclico.

Constituyentes Oxigenados

Son los principales portadores del olor específico de los aceites esenciales.

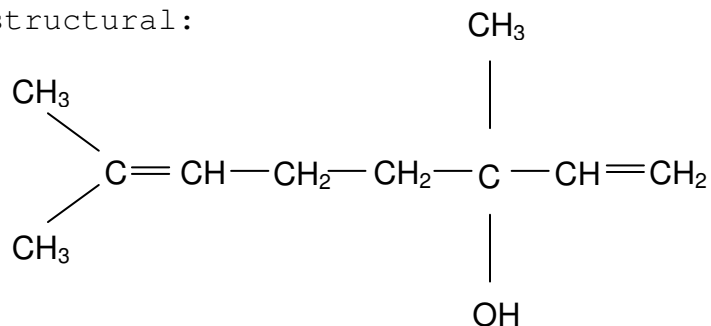
Alcoholes

Generalmente se encuentran combinados con los ácidos formando esteres.

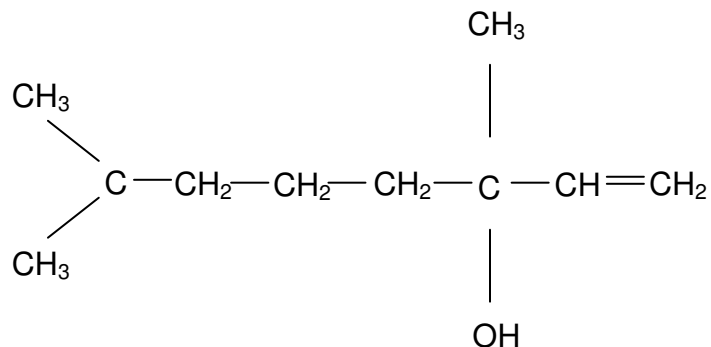
- n-nonil-alcohol $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}_2\text{OH}$ es el único de los alcoholes alifáticos que se ha encontrado en la esencia de las naranjas dulces sin madurar como un éster del ácido caprílico.

De mayor interés debido a su fragancia son los alcoholes alifáticos no saturados de tipo terpénico como el linalol, geraniol, nerol, citronelol.

- Linalol ($\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}$), tiene la siguiente fórmula estructural:



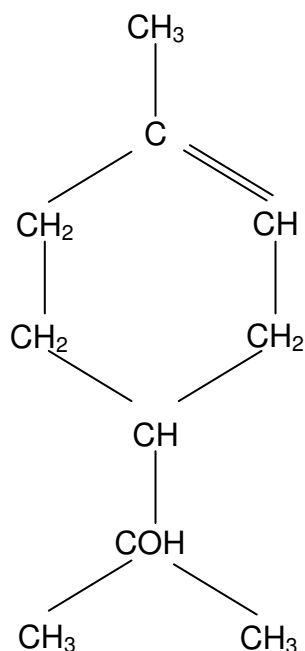
ó



La posición del doble enlace en el átomo de carbono 7 en el linalol y en otros derivados de los terpenos alicíclicos es asunto de mucha controversia que está todavía por decidir.

Por poseer un átomo de carbono asimétrico, el linalol aparece en dos formas ópticamente activas. Su forma dextrógira, el d-linalol, se encuentra en la esencia de naranjas dulces. Como éster del ácido acético, el acetato de linalol se presenta en la esencia de bergamota, limón, petit grain, neroli y limetas italianas.

- Geraniol ($C_{10}H_{18}O$), es un alcohol primario isómero del linalol pero ópticamente inactivo.
- Nerol, que es un estereoisómero del geraniol.
- Citronelol ($C_{10}H_{20}O$), casi siempre va acompañado del geraniol.
- Terpeneol ($C_{10}H_{18}O$), es un alcohol alicíclico de interés especial en la química de los cítricos, cuando se encuentra en su forma alfa.



- Alfa-terpineol, es una sustancia sólida ópticamente activa. El d-alfa terpineol se halla en las esencias de naranjas dulces petit grain y neroli. El l-alfa terpineol existe en la esencia de limetas. Los terpineoles B-gama, que difieren de la anterior en la posición del doble enlace, no se han encontrado en la naturaleza.

- Nerolidol ($C_{15}H_{26}O$), posee un débil olor, pero es capaz de fijar otros.

Aldehídos

Se presentan solamente en cantidades muy pequeñas; pero su importancia es grande a causa de que poseen un olor y aroma característicos.

- N-octil-aldehído ($C_7H_{15}-CHO$), que se presenta en la esencia del limón.

- N-nonil-aldehído ($C_9H_{10}-CHO$), principalmente aldehído encontrado en la esencia de naranja, en la que se halla en la proporción de un 1.3% - 2.7%. Se encuentra también en las esencias de mandarina y de neroli.
- Citral ($C_{10}H_{16}O$), bastante distribuido en la naturaleza, importante constituyente de muchos aceites esenciales, particularmente el de limón, petit grain, limas u mandarina; probablemente existen también en la esencia de naranja dulce.
- Citronelal ($C_{10}H_{18}O$), se encuentra a veces con el citral.

Cetonas

La metil-Heptenona ($C_8H_{14}O$) es la única acetona de interés. Es la sustancia punto de partida para la preparación del citral.

Ácidos Orgánicos y Esteres

Los ácidos orgánicos están presentes probablemente en los aceites esenciales, solamente en forma de ésteres, los cuales son constituyentes muy importantes de las esencias, pues, aunque se encuentran en muy pequeñas cantidades su olor es distintivo, comunicando

una fragancia específica en las esencias en cuestión.

La esencia de naranja contiene el ácido-n-capúlico ($C_7H_{15}-COOH$) o sus ésteres.

Las esencias de cítricos particularmente ricas en ésteres son las de bergamota y, en menor extensión, las de limón y naranja.

El éster metílico del ácido antranítico, se ha encontrado desde entonces en todas las esencias de cítricos también se presentan mucho en la esencia de mandarina.

Estearoptenos

Constituyen masas blandas ceras y de consistencia mas o menos pastosa, que se obtienen después de la destilación de los aceites esenciales.

- Citripteno ($C_{17}H_{34}O_4$), se encuentra en la esencia de bergamota en una proporción de 5%.

4.2.4 Características Físicas-Químicas de un buen Aceite Esencial

Esencia de naranja: Citrus Aurantium.

Descripción: Color intensamente amarillo anaranjado o anaranjado fuerte, olor y sabor característico.

Solubilidad: Es miscible con alcohol deshidratado y con bisulfuro de carbono y se disuelve con un volumen igual de ácido acético-glacial.

Peso Específico: No menor de 0.842 ni mayor de 0.856.

Rotación Óptica: No menor de 94° ni mayor de 99° en tubo de 100 mm.

Índice de Refracción: No menor de 1.4723 ni mayor de 1.4737 a 20° C.

Contenidos de aldehídos (Citral): No menor de 0.5% ni mayor de 5%.

Residuos de evaporación: No menor de 1% ni mayor de 4%.

4.2.5 Factores que afectan la calidad de los Aceites Esenciales

4.2.5.1 Clima y variedad

Von Locsecke y Pulley (1979) estudiaron los aceites de naranja de Florida durante la temporada 1977-1978, no encontraron diferencias debido a la variedad de la fruta, ni tampoco pudieron encontrar un cambio significativo en las propiedades durante la estación. Kesterson y Mc Duff (1948) tampoco encontraron una diferencia significativa en las propiedades físicas del aceite de diferentes variedades.

De Villiers (1978) encontró una pequeña diferencia en la calidad del aceite de las naranjas Valencia con las Navel cultivadas en Sudáfrica. El área en la cual fueron cultivadas las frutas no tuvo efecto sobre las propiedades del aceite excepto una pequeña diferencia en la rotación óptica. El tampoco encontró diferencias en la calidad del aceite producido de frutas de deshecho comparado con el producido por fruta de primera calidad.

4.2.5.2 Madurez de la fruta y período de almacenaje

El aceite de naranjas parcialmente maduras tienen un menor residuo no volátil que el de las naranjas sobrenaturales. En un estudio de la Universidad de Salamanca, encontró, entre otras cosas, que el aceite de España, tenía un residuo estable más grande que el del aceite de Italia y atribuyó esta diferencia al más avanzado estado de madures de las naranjas Españolas.

De Villiers (1978) reportó que el aceite obtenido de fruta guardadas en almacenamiento frío antes de su

procesamiento no mostraba grandes cambios en las propiedades físicas y químicas hasta por un período de almacenaje de 6 semanas, pero en un prolongado almacenamiento hubo un incremento en la gravedad específica, rotación óptica y valor de saponificación. Al mismo tiempo que ocurría una disminución en el contenido de aldehído del aceite.

4.2.5.3 Método de Extracción

Se ha determinado el efecto de la producción sobre las características del aceite, o de otro modo el efecto de diferentes máquinas sobre el carácter y producción de aceite. Esto es mostrado en la Tabla #01.

Donde se puede ver que el residuo de evaporación e índice de refracción aumentan, mientras que la rotación óptica disminuye conforme aumenta la producción de aceite. Con los muy altos rendimientos la gravedad específica también aumenta.

Los métodos de extracción contemplados son Extracción con Fluidos Supercríticos, Cold Press y FMC Whole, que serán mencionados mas adelante.

4.2.5.4 Adulteración

Uno de los factores que puede afectar la calidad del aceite de naranja es la adición del limonado o aceite destilado al aceite obtenido por presión o raspado.

El método del espectro de absorción de la luz ultravioleta de los aceites se ha venido usando como una ayuda en la detección de la adulteración o dilución del aceite de naranja.

4.2.6 Factores que Afectan la Cantidad de Aceite de las Cáscaras

La cantidad del aceite de cortezas de las frutas cítricas ha sido determinado comercialmente muchas veces; pero expresada como tantas libras por toneladas no tienen ningún valor, porque la cantidad varía con el tamaño de la fruta usada para la extracción y con el método de extracción.

En la Univ. de Los Ángeles-California (UCLA) se realizaron estudios para determinar la influencia del tamaño de la fruta en el rendimiento del aceite. Separando las muestras en frutas grandes y en frutas chicas, obteniéndose los resultados que se muestran la Tabla #02.

Por medio de este cuadro se puede apreciar que en la expresión del rendimiento de los aceites esenciales se observa una dificultad, mientras que por ejemplo para la fruta grande se obtenía un mejor rendimiento por cada 100 cm² de cáscara, no sucedía así cuando se refería a libras / toneladas de fruta; esto se debe de que a pesar de que las frutas chicas poseían menor cantidad de aceite por unidad de área, en una tonelada de fruta existe mayor cantidad de cáscara si son más chicas y por ende mayor volumen de aceite por unidad de peso.

Es por esa razón que existe una seria dificultad para apreciar en forma correcta el rendimiento de los aceites en extracciones comerciales.

- Fluidos Supercríticos 10.38 lbs/TM
- Cold Press 8.50 lbs/TM

- Prensa Cónica 7.00 lb./TM

Estos resultados son solamente indicativos desde que los rendimientos son afectados por las condiciones bajo las cuales la máquina es operada.

Otro factor que afecta la producción de aceite obtenido comercialmente es la condición de la cáscara. La cáscara suave, blanda producirá menos aceite que una cáscara firme, así también el tiempo de recojo y duración antes de la extracción del aceite afectará la cantidad.

Según estudios posteriores se encontró que la producción promedio de aceite esencial procedente de la naranja Valencia fue de 1.10 ml. por 100 cm² de cáscara.

4.2.7 Factores que afectan la Estabilidad de los Aceites Esenciales

4.2.7.1 Presencia de terpenos y acidez

Cuando el aceite de naranja se deteriora o degrada desarrolla un aroma característico el cual puede ser descrito como "terpénico". Esto es debido a la inestabilidad de los hidrocarburos, principalmente limoneno, los cuales en sí mismos contribuyen en muy poco al aroma y sabor de los aceites y son fácilmente oxidados para producir compuestos libres de sabor. La estabilidad de los aceites puede ser aumentada por separación de los terpenos y produciendo así los aceites desterpenados del comercio. Esto puede ser efectuado por destilación fraccionada, por extracción de los compuestos oxigenados, por dilución en alcohol u otros solventes, o por una combinación de estos dos métodos.

Analizando las condiciones mediante las cuales el aceite de naranja muestra el menor cambio ya sea en color, olor, y apariencia general. Se encontró que el oxígeno fue el factor más activo, con la luz contribuyendo a la deterioración. El vidrio fue el mejor envase aunque el aceite se guarda suficientemente bien en latas estañadas.

Por otro lado se ha demostrado que la acidez del aceite aumenta en contacto con el oxígeno del aire. El índice de refracción y gravedad específica también aumenta, mientras que la rotación óptica disminuye. Una muestra del limoneno mostró las mismas reacciones que el aceite de naranja. Además la humedad en la ausencia de oxígeno tiene pequeño efecto y el deterioro más grande se obtiene por una combinación de oxígeno y humedad.

Cabe resaltar que la acidez de los aceites de los cítricos aumentan con la edad, pero esto es sólo una parte del proceso de deterioro, pues actualmente los aceites pueden sufrir un deterioro considerable con sólo un pequeño aumento en acidez. Además la gravedad específica, el índice de refracción y el residuo de evaporación aumentan con el deterioro. En una muestra que se ha deteriorado considerablemente, se puede encontrar dl-carvone, formaldehído, y unas trazas de cetona, compuestos no hallados en aceite puro.

4.2.7.2 Temperatura

En estudios anteriores se han examinado los efectos de la temperatura sobre el mantenimiento de calidades del aceite de naranja, almacenando el aceite a 4°C, 5°C y 20°C (39.2° , 41° y 68° F) en la oscuridad; en una luz norte y una

luz sur, observando el efecto de éstas sobre el color, sabor, densidad rotación óptica, índice de refracción, porcentaje de no volátiles. De estas tres variables la baja temperatura fue la más importante que la ausencia de luz y aire en la disminución del deterioro.

4.2.7.3 Metales

Las trazas de metales y polvo, pueden actuar como catalizadores en la deterioración de los aceites de cítricos.

En la Univ. de Los Ángeles-California (UCLA) se han realizado estudios analizando la estabilidad del aceite de naranja en contacto con aluminio bajo diferentes temperaturas y en contacto con aire atmosférico o nitrógeno. La deterioración del aceite fue prevenido por el uso de atmósfera de nitrógeno en pruebas a 60 y 100 F por períodos de 80 días seguido por 7 días a 120. Muestras correspondientes en contacto con aire (relación de espacio vacío o aceite en las botellas fue de 2 ½ : 1) desarrollaron peróxidos y pérdida de las características de color y aroma. El aumento de temperatura por supuesto aceleraba la formación de peróxido y disminuía la estabilidad del aceite. Una muestra almacenada en un envase de aluminio de 60 cc. con libre acceso de aire desarrolló un valor de peróxido muy alto con la correspondiente disminución de calidad.

Muestras empacadas con aire en las cuales ocurría la formación de peróxido desarrollaban una disminución de la presión como evidencia que el oxígeno fue separado del espacio vacío durante el almacenamiento.

4.2.7.4 Contenido en peróxido

El oxígeno activo en el aceite se puede determinar por titulación con una solución estándar de titanio para determinar la susceptibilidad del aceite a una subsecuente deterioración.

Se ha determinado también que el aceite, el cual contenía un alto valor de peróxido inicial, absorbía oxígeno más rápido que el aceite fresco con un valor bajo de peróxido.

4.2.7.5 Toma de oxígeno y olor

La toma de oxígeno esta relacionada con el olor del aceite haciendo una evaluación por un panel de aroma. Esta comparación fue hecha por oxidación del aceite antes de ser juzgado el olor hasta igualar con el de una muestra clasificada como "terpénica". En general 6 a 8 ml. de oxígeno por gramo de aceite fueron requeridos para tener esta condición.

4.3 EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES

4.3.1 Métodos Generales de Extracción

Generalmente los métodos industriales de extracción pueden ser clasificados sobre la base de extracción por un (a) proceso sobre la cáscara vacía y (b) proceso sobre la fruta entera.

Las ventajas hacia la extracción por un proceso sobre la cáscara vacía es que el jugo es más higiénico, habiendo sido

extraído antes que la naranja sea sujeta a la solución que recircula usada para acarrear la emulsión de aceite. A continuación se mencionan los métodos considerados teniendo en cuenta la base sobre la que han sido desarrollados.

4.3.1.1 Extracción utilizando Fluidos Supercríticos EFS (proceso sobre la cáscara vacía)

La Fig. 3 muestra un diagrama esquemático del proceso de EFS. Los cuatro pasos primarios involucrados son: Extracción, Expansión, Separación y Compresión del solvente.

Los cuatro equipos críticos del proceso son: Un extractor de alta presión, una válvula de reducción, un separador de baja presión y una bomba para elevar la presión del solvente

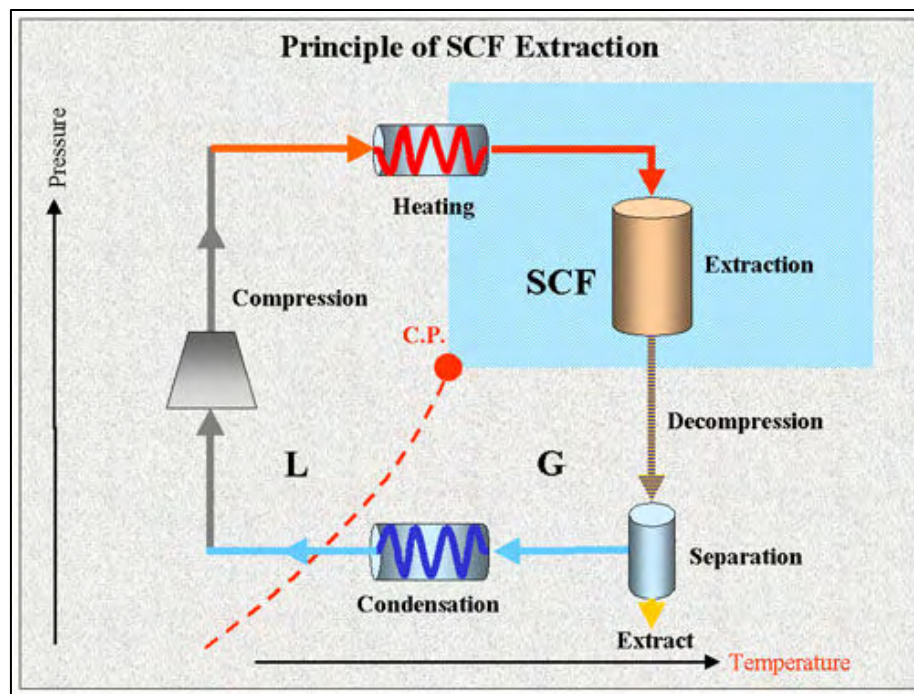


Fig.3: Esquema de la extracción por fluidos Supercríticos

reciclado. El proceso se inicia de la siguiente manera: La alimentación, generalmente un sólido molido, es cargada al extractor. El CO₂ es alimentado al extractor a través de una bomba de alta presión (100 a 400 Bar). El CO₂ comprimido es calentado en un intercambiador de calor hasta la temperatura de extracción (30 a 60°C). Luego ingresa al extractor y

procede a extraer la esencia de la matriz herbacea cargada. La mezcla CO₂-extracto es enviada a un separador (150 a 50 bar) con un previo paso a través de una válvula de reducción. A la temperatura y presión reducidas, el extracto precipita espontáneamente en el separador, mientras el CO₂, libre de cualquier extracto, es reciclado al proceso, con pasos previos de enfriamiento y compresión.

La EFS para una alimentación sólida es un proceso semicontinuo, donde el CO₂ fluye en modo continuo, mientras la alimentación sólida es cargada en una canasta del extractor por etapas.

Un co-solvente es frecuentemente bombeado y mezclado con el CO₂ de alta presión para aumentar el poder de solvencia o la selectividad de la separación para componentes específicos. La separación es producida comúnmente en etapas, manteniendo condiciones diferentes en dos o tres separadores para fraccionar el extracto, dependiendo de las solubilidades de los componentes y las especificaciones deseadas de los productos.

4.3.1.2 Extracción por Cold Press - Prensado en frío (proceso sobre la fruta entera)

El sistema "Cold Press" esta basado en el prensado de la materia prima de la cual se va extraer el aceite, a temperaturas que fluctúan entre los 10 - 20°C. El equipo utilizado es conocido como "Oil Expeller" (Fig. 4), consta básicamente en una prensa helicoidal que tritura la materia prima extrayendo de esta manera todo tipo de liquido contenido en esta, la mezcla de liquido sólido es dirigida a

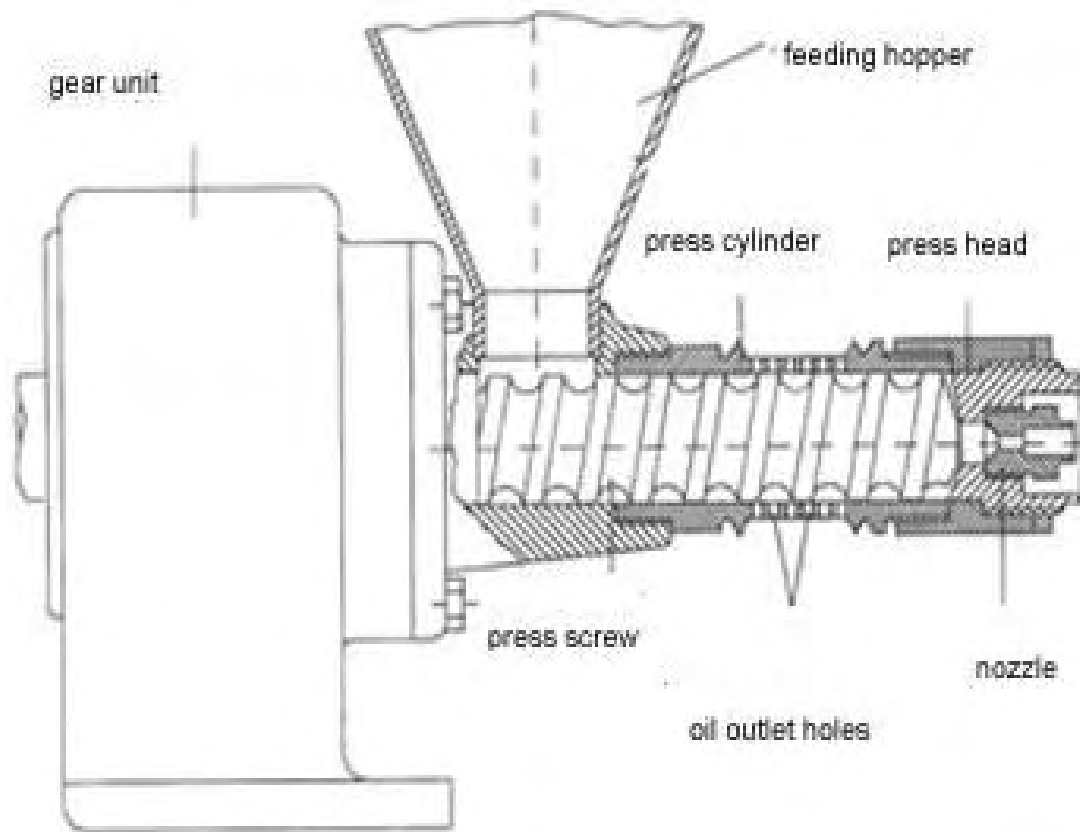


Fig. 4: Esquema de la maquinaria usada para el proceso de extracción Cold Press

la cabeza de la prensa donde es filtrada de modo tal que solo el líquido fluye a través de los agujeros de salida situados a los lados de la prensa, mientras que los sólidos molidos son direccionados hacia la parte posterior de la cabeza de la prensa, pudiéndose extraer como una masa con poco contenido de líquidos.

El termino "Cold" (Frió) se debe a la temperatura usada para este proceso, que es de 10 - 20°C, esto es para evitar la evaporación de aceite, y obviamente la perdida de este. A temperaturas ambiente de 24 - 26°C la fricción de la prensa helicoidal puede hacer que la temperatura de los líquidos se eleve hasta 60 - 65°C, a esta temperatura algunos componentes

del aceite esencial podrían volatilizarse. La mayor desventaja de este método es que el líquido extraído es una mezcla trifásica, constituida por; jugo de naranja - aceite - sólidos, haciendo de esta manera, que el método de separación posterior sea relativamente mas complejo, pues deberá incluir un sistema de filtrado.

4.3.1.3 Extracción por Prensa Cónica (proceso sobre la fruta entera)

Este método también se basa en el prensado y es específico para la extracción del aceite de naranja. La extracción se hace a nivel unitario, y mediante el uso de

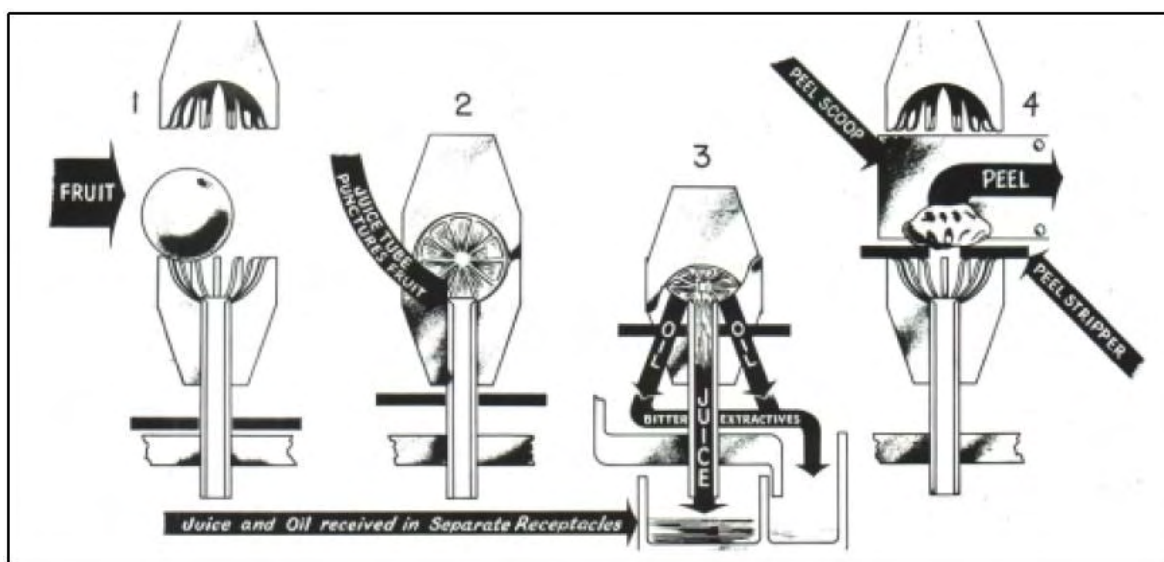


Fig.5: Esquema de maquinaria usada para el proceso de extracción por Prensa Cónica

equipo para el procesamiento continuo. Las naranjas son distribuidas en receptáculos semiesféricos soportados en una matriz giratoria, una vez que la naranja se deposita en los receptáculos se le inserta una cánula por la parte inferior, aproximadamente hasta llegar al centro de la naranja, una

vez hecho esto el receptáculo se contrae y presiona la naranja haciendo que de esta manera el jugo fluya hacia el exterior a través de la cánula insertada, al mismo tiempo la presión ejercida por el receptáculo provoca que el aceite sea expulsado de la cáscara, fluyendo a través de múltiples canales dispuestos en la base del receptáculo, de esta manera se obtiene una mezcla jugo de naranja - aceite con poco contenido de jugo de naranja, haciendo mas fácil su separación. El inconveniente de este método es que debe hacerse una pre-selección de las naranjas a fin de trabajar con una distribución de tamaños bastante corta.

4.4 CONCENTRACIÓN Y DESTERPENACIÓN DE LOS ACEITES ESENCIALES

4.4.1 Aceites esenciales concentrados

Los aceites extraídos están compuestos por más del 90% de hidrocarburos (principalmente d-limoneno) el cual tiene un insignificante valor en el sabor, y cuya insolubilidad en alcohol es un perjuicio en las mezclas de sabores, etc.

Por una cuidadosa destilación al vacío, la gran parte de la fracción terpénica del aceite puede ser separada. Este método de concentración produce los llamados "aceites concentrados" (fold oils) los cuales son usados principalmente en bebidas debido a su gran estabilidad en almacenamiento.

El sabor de los aceites, se incrementan en fortaleza, pero un aceite de naranja concentrado por ejemplo 5 veces,

obviamente no produce 5 veces tanto sabor como el de un aceite natural.

4.4.2 Aceites desterpenados

Literalmente hablando, ellos son aceites esenciales de los cuales han sido separados todos los monoterpenos ($C_{10}H_{16}$). El término "desterpenado" es uno de los más inescrupulosamente usados en la industria de los sabores y perfumes.

Más a menudo, estos aceites son "parcialmente desterpenados" y estos pueden ser logrados de muchas maneras los terpenos son separados por varias razones:

- Para incrementar la solubilidad del aceite en la prueba del alcohol, en solventes de alimentos, etc., y hacer el aceite claramente soluble en agua a niveles normales de uso.
- Para concentrar los ingredientes activos de sabor y perfume de acuerdo a la teoría que los terpenos juegan un menor rol sobre toda la gama de sabor o aroma. Sin embargo, esto no siempre es así, los terpenos son comparativamente débiles en aroma pero ellos presentan ciertos efectos los cuales son indispensables en la reproducción del valor natural de los sabores o aromas.
- Para aumentar la estabilidad del aceite esencial, y prevenir la aparición de rasgos de rancidez, la formación de resinas, etc.

4.5 APLICACIÓN DE LOS ACEITES ESENCIALES

Los aceites esenciales obtenidos de la corteza de los frutos cítricos, o destilados de sus flores u hojas, han tenido gran importancia como agentes saborizantes para todo tipo de bebidas alcohólicas o no alcohólicas, panadería, caramelos, pudines, gelatinas, gomas, chicles y en la farmacia.

También son usados en perfumería, deodorizadores, cosméticos y para la fragancia de los jabones. Hay difícilmente un producto en las industrias de alimentos, bebidas, cosméticos, jabones y perfumes el cual no contenga al menos una pequeña cantidad de la deliciosa fragancia refrescante, de los aceites de cítricos. La producción y consumo de estos aceites ha alcanzado un gran volumen.

5. Parte Experimental

5.1 DESCRIPCION DEL METODO UTILIZADO A NIVEL LABORATORIO

5.1.1 Equipos y materiales utilizados

Los equipos y materiales utilizados en la operación de extracción de Aceite Esencial de la cáscara de naranja, a nivel de laboratorio son los siguientes:

5.1.1.1 Equipo de Extracción

El equipo de extracción comprende las siguientes partes:

- Calentador
- Matraz de 500ml. con boca lateral
- Condensador

5.1.1.2 Otros Equipos

- Balanza analítica
- Espectrofotómetro Baush & Lomb, modelo Spectronic-20

5.1.1.3 Materiales

- Cáscara e naranja de la variedad Valencia con limpieza previa
- Alcohol etílico 96° Q.P.
- Vaso de precipitado de 10ml.
- Cápsulas de vidrio color ámbar de 10ml.
- Pipetas de 5ml, 15ml y 20ml.
- Papel de filtro
- Termómetro graduado
- Cuchilla de acero inoxidable

- Soporte universal
- Mangueras de jebe

5.1.2 Etapas del proceso

Las etapas que han involucrado la extracción del aceite esencial de la cáscara de naranja a nivel de laboratorio son las siguientes:

5.1.2.1 Limpieza de la materia prima

En lo que respecta a la limpieza o separación de materiales extraños, como tierra, hojas, etc., esta no es realizada debido a que la naranja es adquirida directamente del supermercado donde ya se lleva a cabo dicha tarea.

5.1.2.2 Preparación

Esta etapa consiste en el pelado de la cáscara en donde se separa la parte a ser empleada en la operación de extracción (epicarpio). Tal separación es realizada utilizando la cuchilla de acero inoxidable (ver Fig. 6), teniendo el mayor de los cuidados de modo tal que la cáscara contenga la menor cantidad de vestigios de mesocarpio (parte blanquecina), ya que este evitaría una correcta extracción y una menor área de contacto. Ya que los sacos que contienen el aceite esencial se encuentran en su mayoría específicamente en el epicarpio (ver Fig. 2).

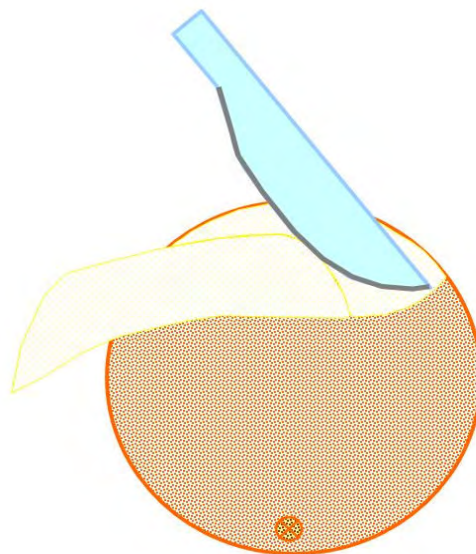


Fig.6: Separación de la cáscara de Naranja

5.1.2.3 Acondicionamiento de las partículas

Consiste en el corte del material, siendo este de manera manual. Para esto se debe de tener en cuenta que las partículas a obtenerse deben de tener un tamaño y forma definida para cada uno de los kits de trabajo, ello con la finalidad de evaluar su variación respecto al rendimiento de la operación.

Cabe mencionar, el evitar seccionar demasiado la cáscara de naranja, ya que al estar expuesta en una mayor área, existirá pérdida de aceite esencial por volatilización y por contacto. Por esta razón fue justamente que se optó por un corte manual (ver Fig. 7) y no con la utilización de un instrumento mecánico.

5.1.2.4 Pesado

El pesado de la materia prima se lleva a cabo utilizando una balanza analítica, con una precisión de cuatro posiciones decimales.

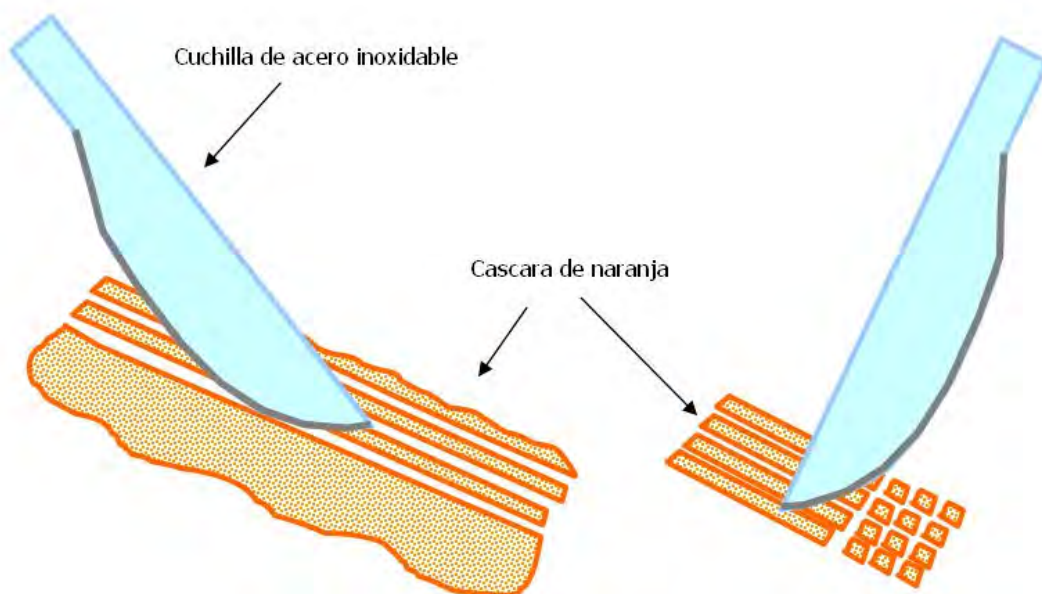


Fig. 7: Acondicionamiento de las partículas de cáscara de naranja

5.1.2.5 Calibración del Espectrofotómetro

La calibración del equipo se realizó previamente antes de iniciar toda corrida de laboratorio por cada kit de trabajo, esta se hizo utilizando el procedimiento y las soluciones indicadas en el "Procedimiento de Calibración del Espectrofotómetro Spechtronic 20 Bausch & Lomb".

5.1.2.6 Extracción del Aceite Esencial

La operación de extracción de Aceite Esencial de la cáscara de naranja, se realiza adicionando 200ml de alcohol etílico de 96° QP al matraz de 500ml. con boca lateral. Cabe resaltar que dicho volumen será constante para las diferentes pruebas. Seguidamente se ensambla el calentador, el matraz y el condensador utilizando el soporte universal (ver Fig. 8).

Hecho esto, se regula la temperatura del calentador de tal modo que la temperatura del alcohol se encuentre en el rango

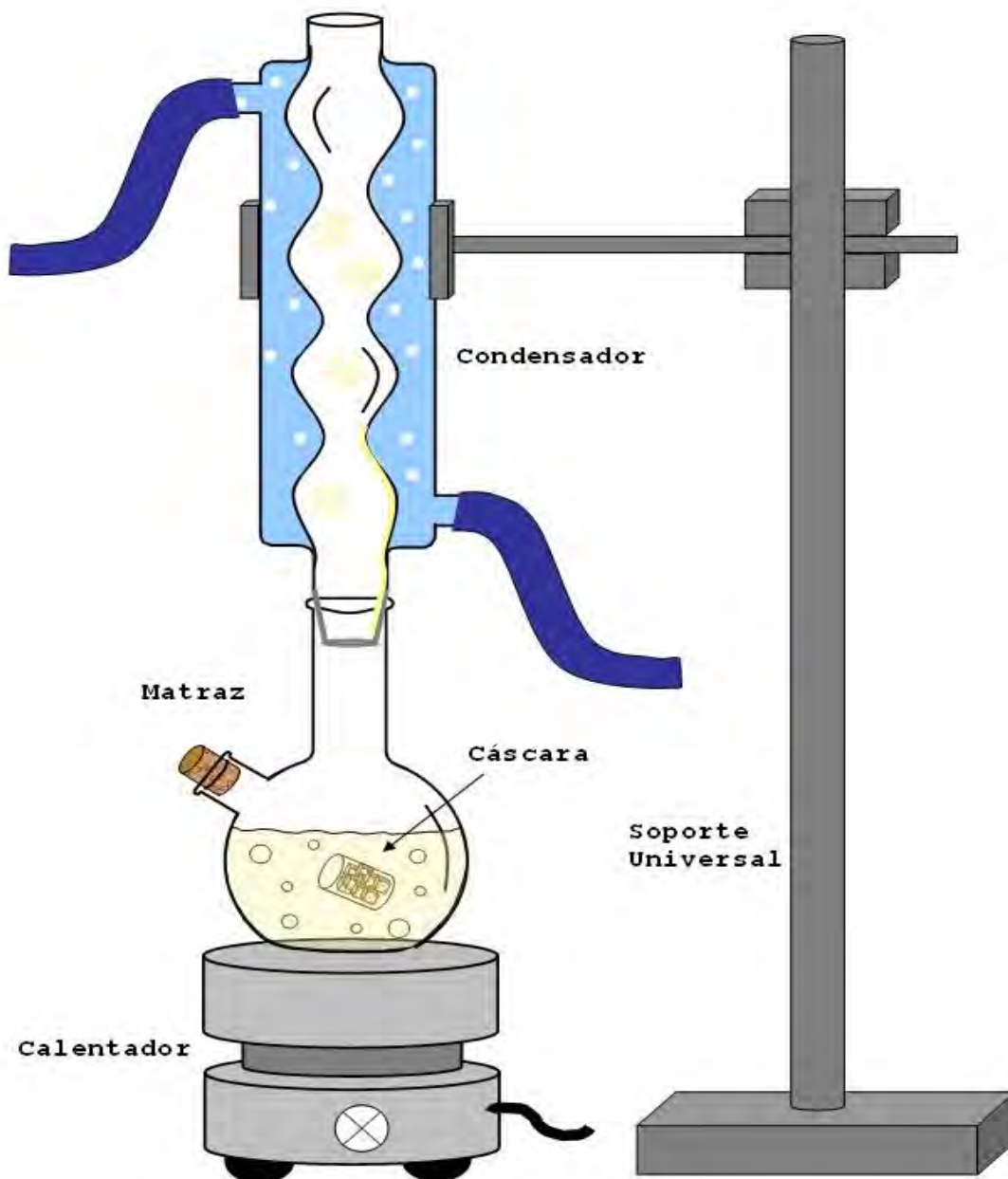


Fig. 8: Equipo utilizado en ensayos de laboratorio

de 60°C - 70°C, ayudándonos con el termómetro graduado, esto es debido a que si sobrepasamos los 70°C podríamos evaporar en demasía el alcohol y de este modo modificar el volumen de

extracción. Mientras tanto, se introduce el peso a trabajar de materia prima en un cartucho de papel filtro, y posteriormente este se introduce en el matraz por la boca

Overview Spectronic 20 Controls

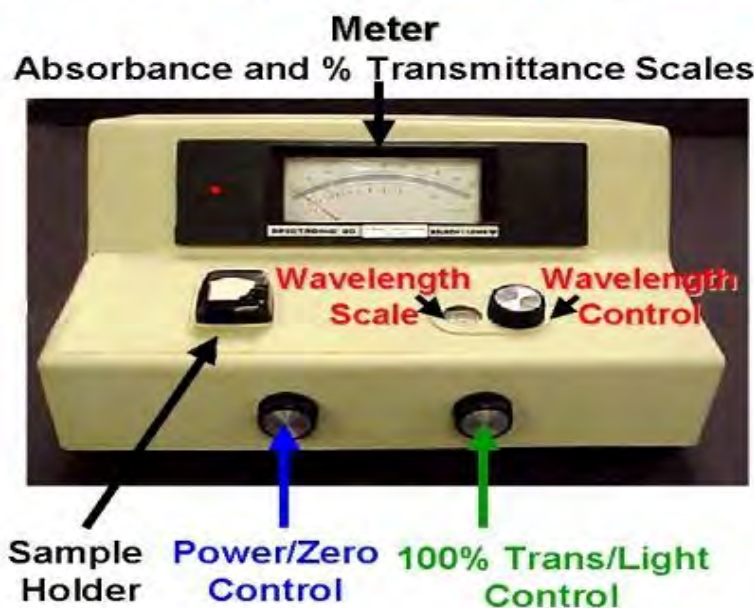


Fig. 9: Espectrofotómetro Bausch & Lomb Spectronic 20

lateral. Tener en cuenta que tanto la cantidad de alcohol etílico como la de cáscara de naranja representaran las diferentes relaciones sólido / líquido, variando desde 0.01 hasta 0.05. Una vez introducido el cartucho conteniendo la cáscara de naranja, se procede a tapar la boca lateral utilizando un tapón. De este modo el alcohol etílico entrará en contacto con la cáscara de naranja y se producirá el proceso de transferencia de masa, en este caso será la extracción de aceite esencial de la cáscara que será reemplazado por el ingreso de alcohol que ingrese a los poros de la misma. Para fomentar un buen intercambio se dieron tiempos de contacto de 15 minutos entre cada toma de muestra; dichas muestras fueron depositadas en las probetas de color ámbar, para evitar degradaciones, y dejadas en reposo para

que tomen la temperatura del ambiente y de este modo poder realizar la correspondiente lectura de la transmitancia utilizando el espectrofotómetro previamente calibrado (ver Fig. 9).

Este procedimiento se repitió 8 veces por kit de trabajo, es decir, se utilizaron 8 relaciones sólido / líquido (S/L) diferentes por cada uno de los diámetros de partícula usados, lo cual conforma un kit de trabajo. Por cada kit de trabajo se hicieron por duplicado la primera y la última de las corridas, para de este modo poder evaluar la repetibilidad entre los datos obtenidos, para efectos de gráficas, tablas y demás; estas dos repeticiones se promediaron obteniendo un único juego de datos por cada corrida.

Se debe considerar que el arreglo de equipos usado (matraz + condensador) es el mas adecuado para realizar estas pruebas debido a que, al utilizar un matraz con boca lateral podemos tomar muestras sin la necesidad de desensamblar el equipo. Además esta el hecho que de este modo los muestreos pueden realizarse para cualquier intervalo de tiempo, cosa que no pasaría si utilizaríamos un equipo Soxhlet ya que los ciclos de extracción en este tipo de equipo, para nuestro caso, tienen una duración de aproximadamente 90 minutos, lo cual conllevaría a un inadecuado monitoreo de la evolución del incremento de la concentración de aceite en el solvente.

Con respecto al solvente utilizado, la elección se realizó mediante un análisis comparativo de un grupo de tres solventes, tomando como referencia las consideraciones descritas en la tabla adjunta. Cabe resaltar que el aceite esencial de la naranja es una mezcla de varios componentes como los terpenos (Form. general: $C_{10}H_{16}$), sesquiterpenos

(Form. general: $C_{15}H_{24}$), alcoholes, aldehídos, cetonas, ácidos y ésteres.

<u>Características del Solvente:</u>	Alcohol Etílico 96°QP	Éter de Petróleo	Ciclohexano
1. Polaridad	Molécula Polar	Molécula Parcialmente Polar	Molécula No Polar
2. Peso molecular (g/mol.)	46	87 - 114	84,2
3. Punto de ebullición (C)	78,5	20 - 70	81
4. Selectividad	Extraerá principalmente los componentes oxigenados, los cuales son los portadores del sabor y aroma de los aceites esenciales, como son: Alcoholes, aldehídos, ésteres, cetonas, fenoles.	Extraerá mayor cantidad de terpenos y sesquitepenos , además de parte de los compuestos oxigenados.	No extraerán los componentes principales de los aceites esenciales.
5. Recuperación	Separación mediante calentamiento y posterior condensación.	Separación mediante calentamiento y posterior condensación.	Separación mediante calentamiento y posterior condensación
6. Inflamabilidad	Elevada	Elevada	Elevada

De dicho análisis se decide elegir al alcohol etílico de 96° QP debido a sus propiedades arriba mencionadas, entre ellas, su capacidad de solubilizar y extraer los componentes principales del aceite esencial como los compuestos oxigenados y en menor cantidad a los terpenos y sesquiterpenos, los cuales al ser demasiado inestables se oxidan fácilmente tendiendo a enranciar al aceite esencial y a la vez a que este presente una apariencia turbida, pudiendo afectar las lecturas de la concentración. Es por esta razón, que la extracción de aceites esenciales mediante solventes cuenta con etapas posteriores de desterpenización.

5.1.2.7 Determinación de la Curva Patrón de Transmitancia vs. Concentración

Para tal efecto se hizo uso de diversas soluciones de aceite esencial comercial en alcohol, a diferentes concentraciones (ver Tabla #03), tales soluciones fueron analizadas en el espectrofotómetro, de tal modo que se pudo establecer una curva patrón de diversas transmitancias a concentraciones conocidas (ver Grafica #04). Analizando dicha curva se pudo notar que en un rango de transmitancias que van desde el 70% hasta cerca del 100%, la curva tiene un comportamiento lineal fácilmente ajustable; teniendo en cuenta que según la literatura las cantidades de aceite esencial son bastante pequeñas, se optó por ajustar los datos comprendidos entre estos dos rangos de transmitancias, para la obtención de una ecuación que permita traducir de manera rápida y sencilla un valor de "% de transmitancia" a un valor de "concentración de aceite". Tal ecuación presenta un coeficiente de correlación bastante aceptable, por lo que se tomó como válida (ver Tabla #03 y Grafica #05).

5.2 DESCRIPCION DEL METODO UTILIZADO A NIVEL PLANTA PILOTO

5.2.1 Equipos y materiales utilizados

Los equipos y materiales utilizados en la operación de extracción de Aceite Esencial de la cáscara de naranja a nivel Planta Piloto son los siguientes:

5.2.1.1 Equipo de Extracción

El equipo de extracción comprende las siguientes partes:

- Equipo de extracción Sólido Líquido marca Brighton Corporation - Metalsmiths & Engineers (ver Fig. 10), perteneciente al Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Facultad de Química e Ingeniería Química de la UNMSM.



Fig. 10: Equipo de Extracción Sólido - Líquido BRIGHTON

La descripción completa de este equipo puede apreciarse en los anexos de información básica al final del presente informe.

5.2.1.2 Otros Equipos

- Balanza analítica
- Espectrofotómetro Bausch & Lomb, modelo Spectronic 20
- Instrumento para el pelado de naranja
- Termómetro digital con bulbo telescópico

5.2.1.3 Materiales

- Cáscara de naranja de la variedad "Valencia" con tratamiento previo.
- Alcohol etílico de 96° industrial
- Cápsulas de vidrio color ámbar de 10ml
- Pipetas de 5ml., 15ml., 20ml.
- Cuchilla de acero Inoxidable

5.2.2 Etapas del proceso

Las etapas que han involucrado la extracción del aceite esencial de la cáscara de naranja a nivel de planta piloto son las siguientes:

5.2.2.1 Limpieza de la materia prima

De similar manera a lo realizado para las pruebas a nivel laboratorio.

5.2.2.2 Preparación

De similar manera a lo realizado para las pruebas a nivel laboratorio.

5.2.2.3 Acondicionamiento de las partículas

El acondicionamiento de las partículas se realizo en primer lugar utilizando el instrumento para pelado de naranja, el cual permite, gracias a su cuchilla flexible, separar la cáscara de la naranja de modo uniforme y controlando el espesor de la cáscara (ver Fig. 11). Posteriormente, se procede a realizar cortes a longitudes constantes utilizando la cuchilla de acero inoxidable. Acondicionando de esta manera las partículas podemos luego determinar sus dimensiones y con esto calcular su Diámetro partícula equivalente.

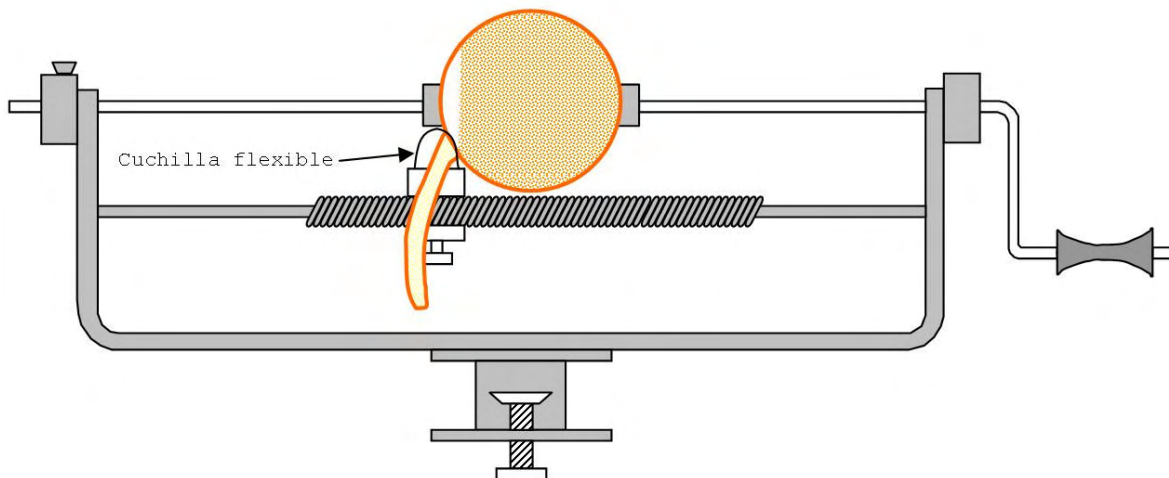


Fig. 11: Instrumento para pelado de naranjas

5.2.2.4 Pesado

De similar manera a lo realizado para las pruebas de laboratorio.

5.2.2.5 Calibración del Espectrofotómetro

De similar manera a lo realizado para las pruebas a nivel laboratorio.

5.2.2.6 Extracción del Aceite Esencial

La operación de extracción del Aceite Esencial de la cáscara de naranja, se realiza del siguiente modo. Se vierte alcohol industrial en la olla de extracción (ver Fig. 12), hasta conseguir un volumen de 24L que es el volumen máximo de operación del equipo (aprox. 6Gal). Se decidió utilizar el volumen máximo del equipo a



Fig. 12: Olla de extracción



Fig. 13: Canastilla Porta Material

fin de trabajar pesos de naranja manejables y por consiguiente, relaciones sólido / líquido

proporcionales a las utilizadas en las pruebas de laboratorio. Una vez realizado esto, se procede a depositar toda la cáscara ya preparada en la canastilla



Fig. 14: Sistema de agitación

porta material (ver Fig. 13), la cual se inserta dentro de la olla de extracción. Cabe resaltar que a partir de este instante se permite el ingreso de vapor y se empieza a controlar el tiempo de

extracción. En ese mismo instante una vez iniciado el proceso de extracción se pone en funcionamiento el sistema de agitación (ver Fig. 14). Este sistema de agitación que cuenta con un agitador de paletas oblicuas y un motor



Fig. 15: Ingreso de Vapor

de 5 velocidades (80, 120, 180, 250, 350 RPM), fue adicionado al equipo original. El motor debe graduarse en la tercera velocidad lo que nos asegurará una



Fig. 16: Ingreso al Calentador

distribución homogénea de temperatura dentro de la olla de extracción, así como un contacto homogéneo entre el alcohol y las partículas de cáscara de naranja. Debido a que la olla de extracción debe su calentamiento al

contacto con vapor mediante una chaqueta, las paredes internas de la olla de extracción llegan a temperaturas que superan los 100°C , y si no contáramos con agitación, el alcohol etílico estático que esta



Fig. 17: Retorno del Evaporador

contacto con estas paredes llegaría a su punto de ebullición en fracciones de segundos y además esto impediría una difusión uniforme del calor en toda la solución. Por lo tanto una vez activado el sistema de agitación recién se puede controlar el ingreso de vapor al sistema (ver Fig. 15) y la temperatura de la solución, monitoreando que ésta al interior de la olla de extracción no sobrepase los 70°C; si superara esta temperatura, una fracción del alcohol empezaría a vaporizarse originando presurización en el equipo, y con



Fig. 18: Válvula de Descarga del calentador

ello que se abran las válvulas de seguridad y por ende que se desperdicie solución y se pierda todo el ensayo. Mientras se eleva la temperatura de la solución se

deben aperturar las válvulas de ingreso al calentador (ver Fig. 16) y de retorno del evaporador (ver Fig. 17). Estas válvulas permiten que la solución conteniendo aceite esencial se caliente logrando de este modo la separación en dos flujos, uno rico en alcohol que retorna desde el evaporador hacia la olla de extracción, y uno rico en aceite esencial que permanece en el calentador a temperatura constante hasta finalizado el proceso. Teniendo en cuenta que este es un proceso batch, se estableció como tiempo de muestreo un lapso de

15 minutos, tiempo después del cual se procede a cerrar la válvula que comunica la olla de extracción con el calentador, y esperar que el nivel del volumen del calentador llegue al mínimo, lo cual nos indica que ya se evaporo el máximo posible de alcohol de la solución quedándonos solamente una mezcla rica en aceite esencial. Posteriormente se abre la válvula de descarga del calentador (ver Fig. 18), obteniéndose el máximo volumen posible de extracción que arroja en promedio los 900ml. De los cuales 10 ml. se depositan en una cápsula ámbar para posteriormente ser analizados en el espectrofotómetro. Al igual que en la etapa de laboratorio, se hizo tomas de 8 muestras por cada relación sólido / liquido y por cada diámetro de partícula utilizado, todo esto comprende un kit de trabajo. Así mismo se realizaron por duplicado la primera y la última de las corridas, para de esta manera evaluar la repetibilidad de los datos obtenidos, para efectos de graficas y cálculos, estas dos repeticiones se promediaron, obteniendo un único juego de datos para este kit.

5.2.2.7 Determinación de la Curva patrón de Transmitancia vs. Concentración

Para este caso se utiliza como referencia la curva hallada en la etapa de laboratorio, a fin de determinar las respectivas concentraciones de aceite en la solución.

6. Discusión de Resultados

Analizando los resultados obtenidos tanto en Planta Piloto como en Laboratorio, se observa que comportamientos tales como la variación de la concentración o del rendimiento son iguales. Así mismo notamos una gran diferencia entre los datos obtenidos respecto a parámetros óptimos de trabajo entre los ensayos a nivel laboratorio (ver Tabla #21) y los ensayos a nivel planta piloto (ver Tabla #24).

Dicha desviación se debe principalmente a la capacidad de carga y extracción, y cantidad de materia prima utilizada tanto para Planta Piloto como para Laboratorio. Cabe señalar que las pruebas realizadas en el Laboratorio son una referencia válida para la operación a llevar a cabo en la Planta Piloto.

Los parámetros óptimos de operación se han obtenido bajo las siguientes consideraciones:

1. Obtener un bajo ratio (S/L)
2. Obtener el mayor rendimiento y concentración para un determinado ratio (S/L).
3. Realizar la operación en el menor tiempo posible.
4. Un tamaño y geometría de partícula adecuado que cumpla dos requisitos:
 - a. Que no sea demasiado grande para que el área de contacto no se vea afectada.
 - b. Que no sea demasiado pequeña para asegurarnos un ahorro de energía.

De acuerdo al comportamiento del ratio (S/L) en función del rendimiento Y (g aceite/g cáscara), se observa un comportamiento inverso entre ambos, es decir al incrementar la cantidad de materia prima en la operación manteniendo el

volumen de solvente constante, se obtienen rendimientos menores; ello debido a que el solvente se saturará más rápidamente; es decir, que las concentraciones de aceite esencial en el extractor y en la cáscara se igualaran más rápidamente y por ende la gradiente de concentración tiende a ser cero con mayor facilidad. Dicha tendencia se observa en las tablas #15, 16, 17, 18, 19.

La concentración, siendo una variable importante en el presente estudio, requiere de un análisis de su variación con respecto a variables tales como el diámetro y/o la geometría de la partícula. Se han hecho corridas con diámetros de partícula de 0.3252cm., 0.7256cm., 0.6068., 0.3168. y 0.2048cm., obteniéndose concentraciones máximas de hasta 0.000333, 0.000272, 0.000355, 0.000398, 0.000359 g aceite/ml solución respectivamente. De tales datos se observa que no necesariamente mientras se aumente el diámetro de partícula la concentración deba disminuir, puesto que aquí entra a tallar otro factor importante como lo es la geometría de la partícula. Esta es determinante para la obtención de altas concentraciones de aceite, pues mientras la geometría permita mantener en mayor contacto al solvente con el aceite, mayor será la extracción, independientemente de cuanto sea el diámetro de la partícula.

Respecto al análisis del rendimiento en función del tamaño de partícula (diámetro de partícula), se determinó trabajar a nivel de planta piloto, con partículas de la misma geometría rectangular, con ancho y altura constantes pero de longitud variable, longitud que va desde los 50mm hasta los 250mm. Esto se debe a que al tomar como referencia las pruebas realizadas a nivel de laboratorio, tanto el rendimiento como la concentración manifestaron un

comportamiento dependiente al de la geometría de la partícula, además que las partículas de la forma antes mencionada, presentan la ventaja de tener mayor área de exposición y mínimo volumen, lo cual nos asegura un mayor contacto con el solvente. Teniendo en cuenta esto, se observo que para un diámetro de partícula de 1.563cm., se obtuvo el mayor rendimiento en la operación de extracción, en este caso ese diámetro de partícula corresponde a las partículas con longitud de 200mm. y no como se pensaría a la de mayor longitud que era de 250mm. Esto es debido a que al ser muy larga la partícula esta tendía a enredarse formando nudos y estos a su vez dificultan la operación de extracción, por lo tanto al optar por la geometría rectangular (que es la óptima) no debe sobrepasarse la longitud anteriormente mencionada.

Por otro lado, si analizamos las curvas de Rendimiento vs. Tiempo de extracción, seria fácil deducir que el tiempo óptimo de operación es aquel en el cual los rendimientos tienden a ser constantes, lo cual se conocería como "tiempo máximo de extracción", pero este hecho no es del todo correcto, pues para poder hablar de tiempo máximo de extracción la gradiente de concentración para cualquier variación de tiempo tendría que ser cero y esto no ocurre, ya que por mas saturado que esté el solvente siempre extraerá una pequeñísima cantidad de aceite que nunca llegara a ser cero.

Para tal efecto, se emplea un método gráfico cuyo objetivo es determinar los tiempos y rendimientos máximos para cada relación S/L, como se muestra en las graficas #11 a la #50. El método grafico en mención se describe en los

anexos de información básica adjuntos al final del presente informe.

Para el caso de Laboratorio, una vez obtenidos aquellos datos se determina la relación S/L óptima y por ende el tiempo y rendimiento óptimos de extracción para cada uno de los kit de trabajo, para lo cual se deberá tener en cuenta un mayor incremento de rendimiento a una mayor concentración para un determinado intervalo de tiempo. (Tablas #15, 16, 17, 18, 19). Cabe resaltar que dichos resultados nos sirven de útil referencia para la Planta Piloto.

7. Conclusiones

1. El comportamiento de la relación (S/L) respecto al rendimiento de la operación, para un determinado tamaño y geometría de la partícula, es inversamente proporcional, es decir, que al utilizar mayor cantidad de materia prima, el solvente se saturará más rápidamente originando que la gradiente de concentraciones tienda a cero con mayor facilidad.
2. El rendimiento de la operación depende no solo del tamaño de la partícula sino también de su geometría.
3. Se logran obtener mayores rendimientos en la operación cuando se trabaja con partículas cuya geometría tienda a ser larga y angosta.
4. La agitación al interior del tanque de mezcla soluto-solvente, permite no solo incrementar el área de contacto sino también la homogenización de la temperatura de la solución.
5. De los resultados obtenidos a nivel planta piloto se concluye que la relación (S/L) óptima es de 0.0030 (g naranja/ml etanol), correspondiéndole un rendimiento en aceite esencial de 0.62% para la cáscara de naranja.
6. El tiempo óptimo de operación en la extracción en planta piloto del aceite esencial de la cáscara de naranja para una relación (S/L) de 0.0030 (g naranja/ml etanol) es de 46 minutos.

8. Recomendaciones

1. Se recomienda instalar en la olla de extracción, un controlador de temperatura con aproximación decimal, para registrar eficientemente la temperatura de la solución.

2. Garantizar durante la etapa de acondicionamiento de la partícula, que el corte de la cáscara sea tal que no contenga demasiados vestigios de mesocarpio (parte blanquesina), lo cual dificulta la extracción del aceite esencial.

3. Se sugiere una agitación constante en la olla de extracción con la finalidad de incrementar el área de contacto y homogenizar la temperatura al interior de este.

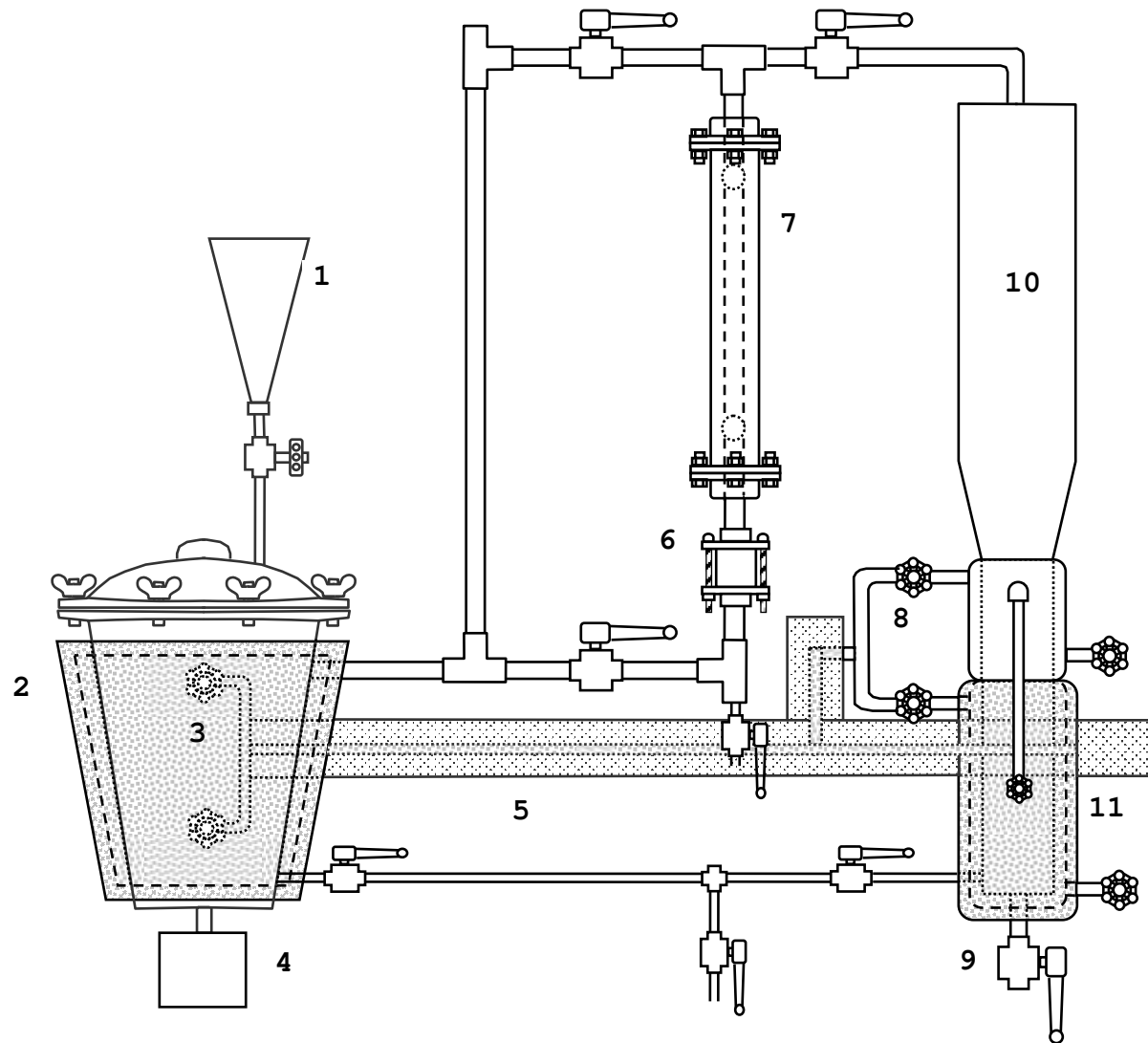
4. Evitar sobrepasar los 70C de la solución en la olla de extracción, evitando de esta manera descomponer los aceites esenciales contenidos en la cáscara, presurizar el sistema y volatilizar parte del solvente.

5. Es recomendable trabajar con una sola calidad de naranja para evitar de esta manera obtener distorsiones en los resultados.

9. Anexos

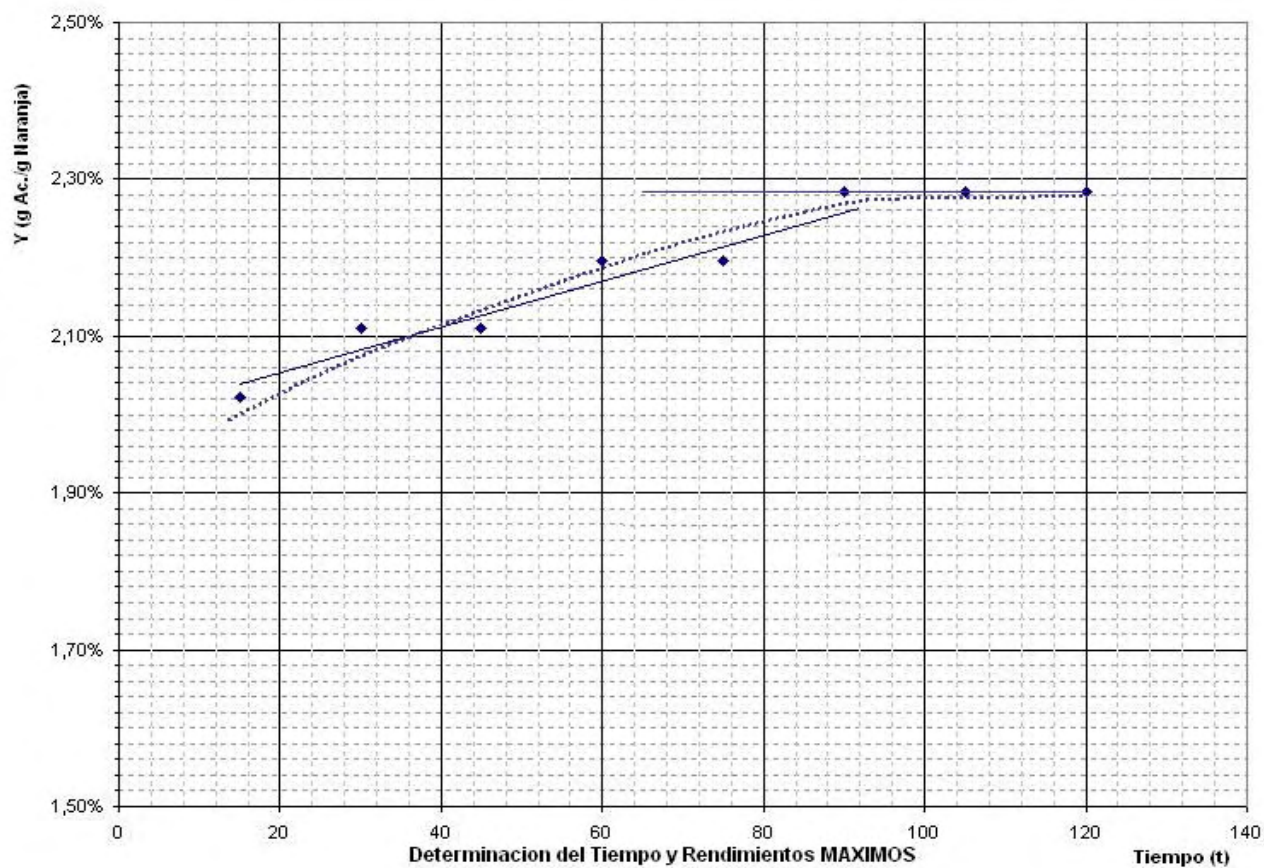
Información Básica

A. DIAGRAMA ESQUEMATICO DEL EQUIPO DE EXTRACCION SÓLIDO / LIQUIDO BRIGHTON USADO PARA LOS ENSAYOS.

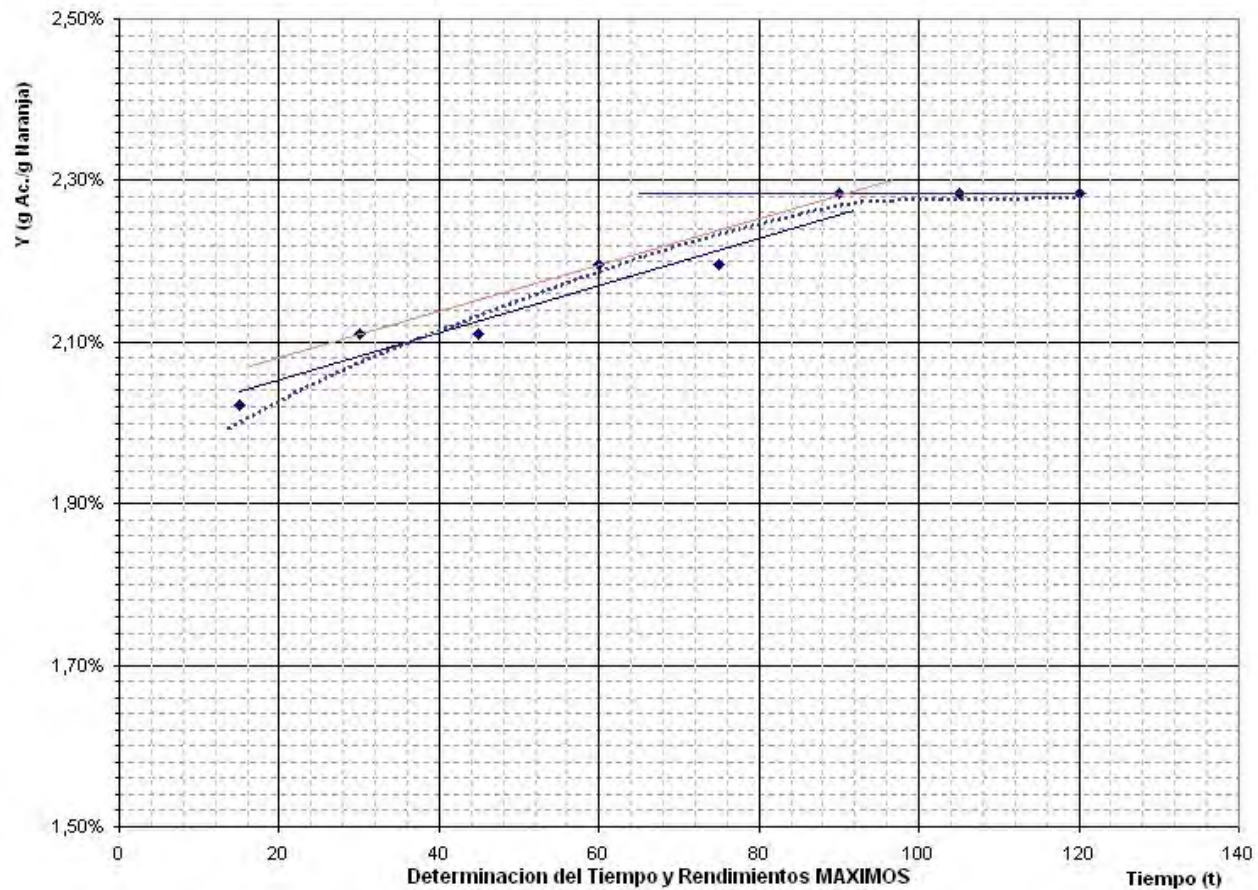


1. Tolva para ingreso de solvente
2. Olla de extracción
3. Ingreso de vapor la olla de extracción
4. Agitador
5. Línea de vapor
6. Visor de condensado
7. Intercambiador de vapor
8. Ingreso de vapor al calentador
9. Descarga de calentador
10. Evaporador
11. Calentador

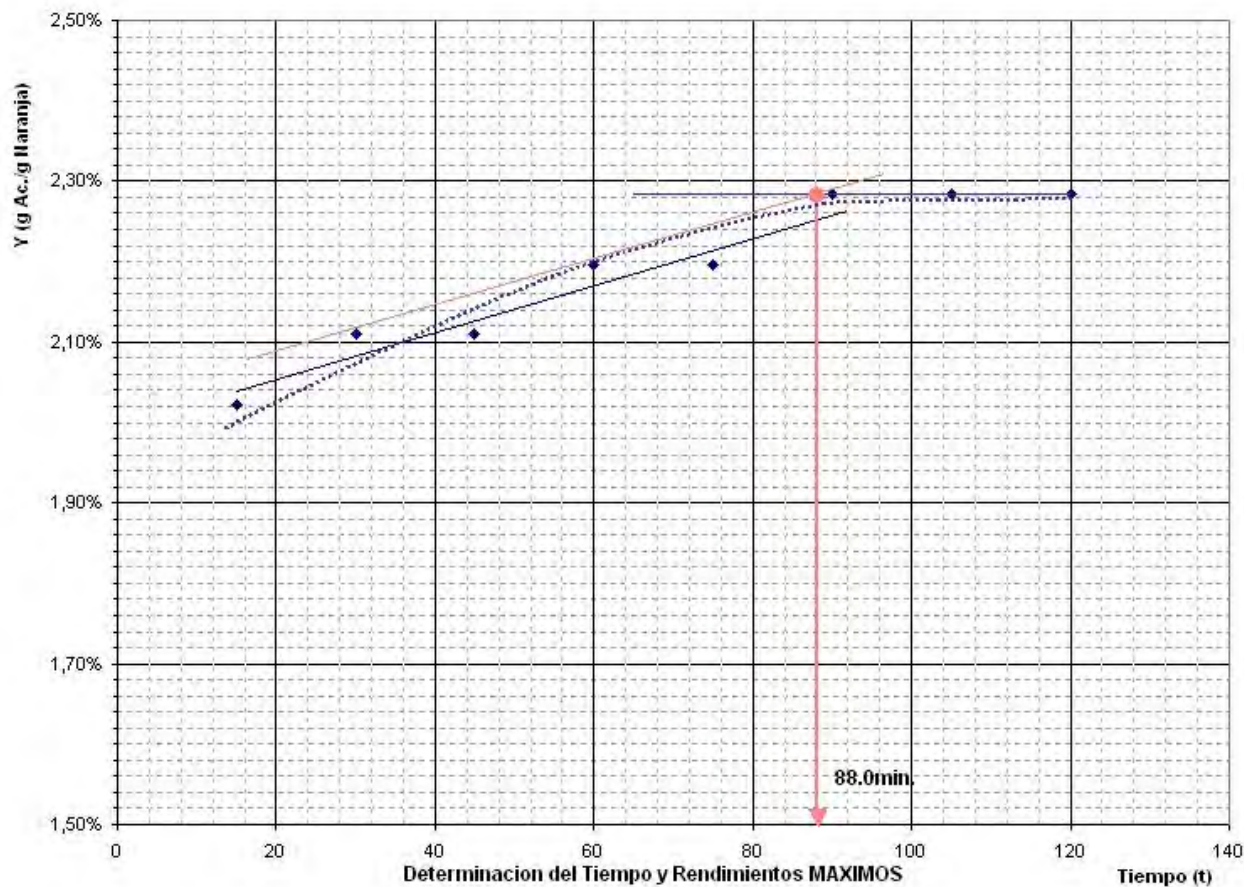
B. DESCRIPCIÓN DEL METODO GRAFICO UTILIZADO PARA LA DETERMINACIÓN DE LOS RENDIMIENTOS MÁXIMOS.



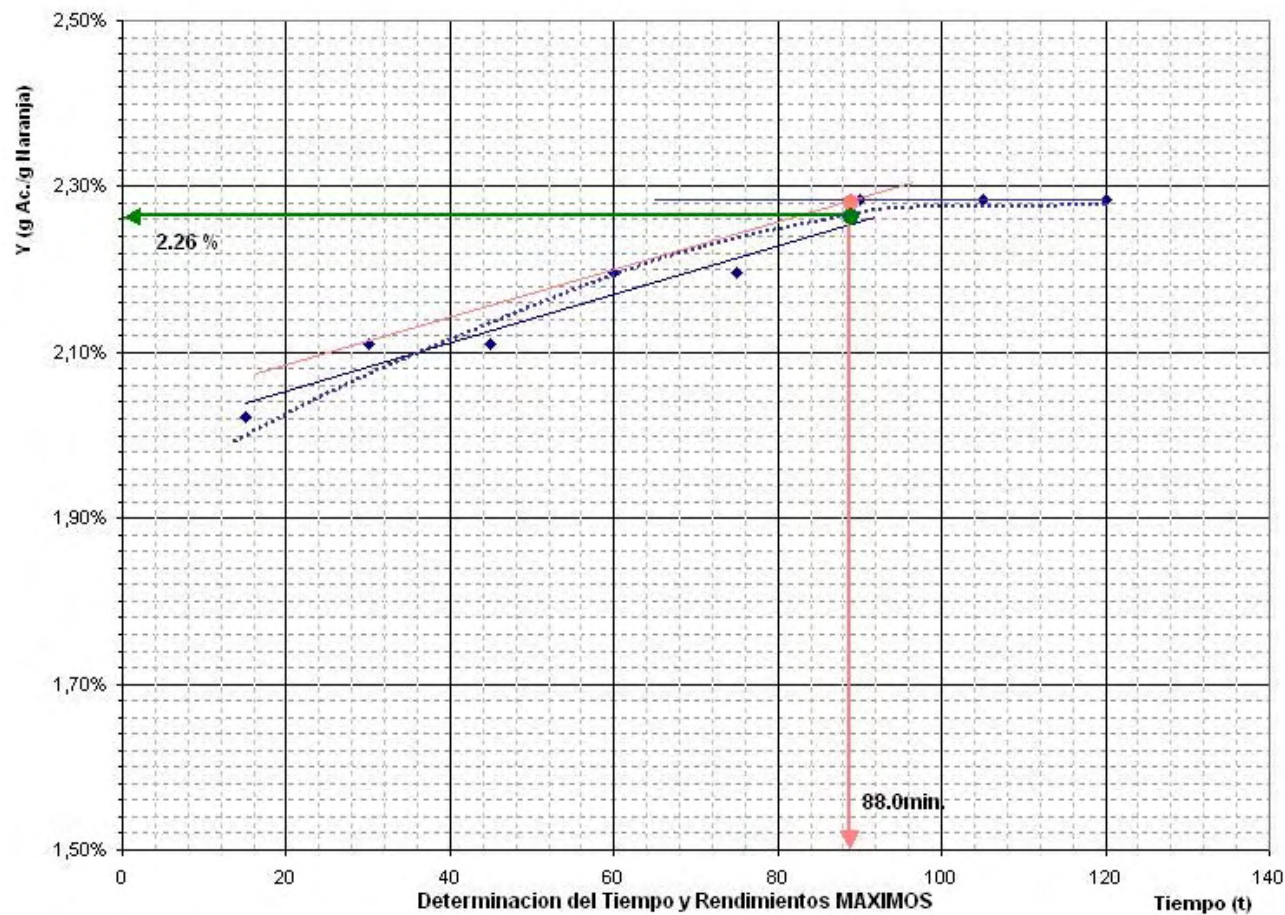
Paso 1. Una vez realizada la curva de g Aceite / g de Naranja vs. Tiempo, ajustar el intervalo curvo y el intervalo lineal a líneas rectas



Paso 2. Trazar una tangente a la curva de tal modo que sea paralela a la recta ajustada. Hecho esto, extrapolar la tangente trazada hasta que se intercepte con la recta ajustada de la parte lineal



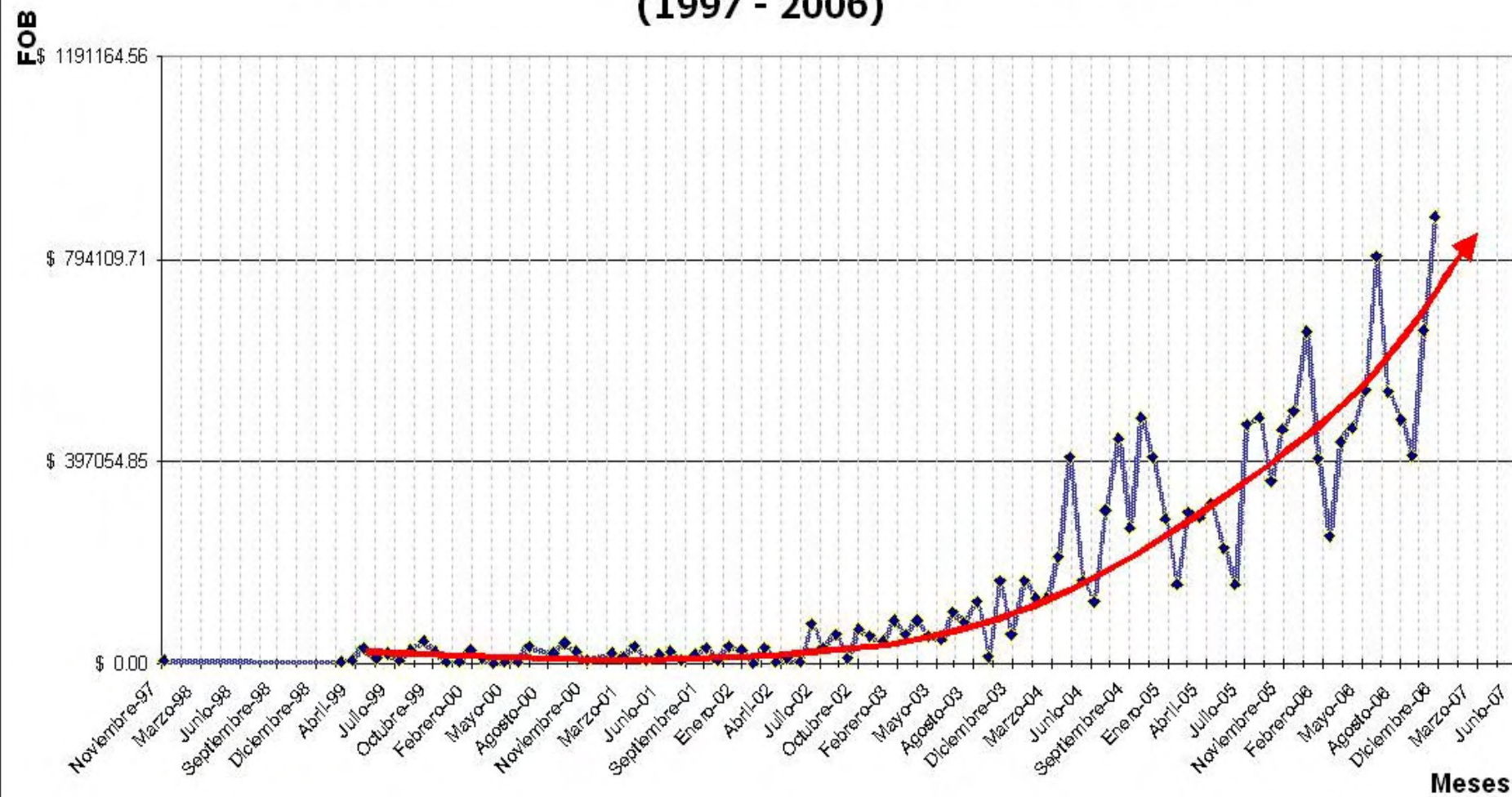
Paso 3. De la intersección entre la tangente extrapolada y la recta ajustada, proyectar una recta perpendicular al eje "X" de tal modo que se intercepte con la curva original y a la vez con el eje "X", de esta ultima intersección hallaremos el valor correspondiente al tiempo máximo.



Paso 4. De la intersección de la recta proyectada perpendicular al eje "X" con la curva original, se proyecta una recta paralela al eje "X" hasta que se intercepte con el eje "Y", de esta intersección, se hallara el respectivo valor de g Aceite / g Naranja máximo.

Graficas

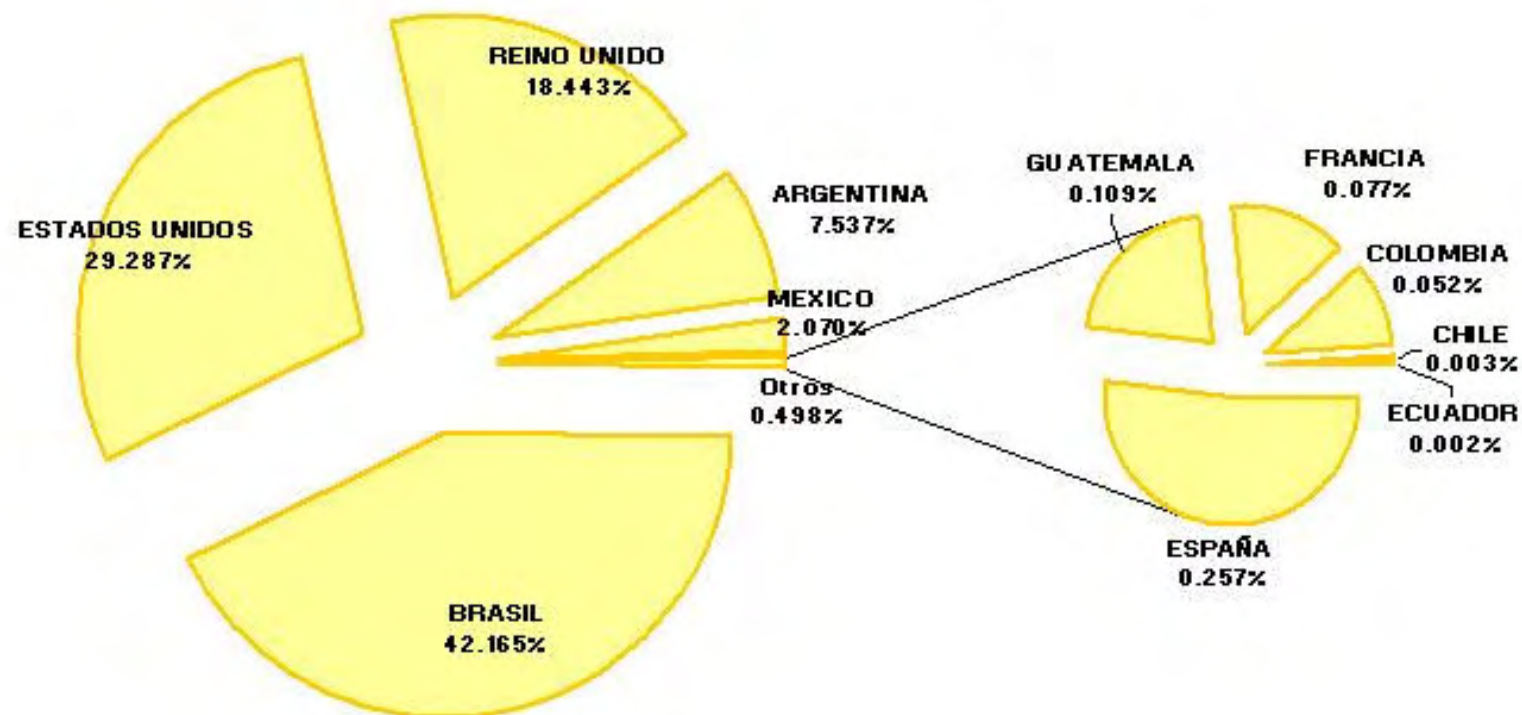
Importaciones de Aceite Esencial de Naranja por mes (1997 - 2006)



Grafica #01

Fuente ADEX

Importaciones de Aceite Esencial de Naranja por destino (1997 - 2006)



Grafica #02

Tablas

Tabla #01: DATOS DE REFERENCIA – CARACTERISITICAS DEL ACEITE ESENCIAL SEGÚN EL METODO DE EXTRACCION						
Método de Extracción	Prod. Lb/Ton.	Gravedad Específica	Resid. Evap. (%)	Rotac. Óptica	Índice Refrac.	Cont. Ester (%)
Fluidos Supercríticos (EFS)	10.38	0.8448	3.60	95.66	1.4732	0.94
Cold Press	8.50	0.8430	2.18	96.49	1.4724	0.51
FMC Whole	7.00	0.8422	1.92	97.11	1.4721	0.51

**Tabla #02: DATOS DE REFERENCIA - COMPARACIÓN DE RESULTADOS OBTENIDOS A DIFERENTES
TAMAÑOS DE NARANJAS**

Tamaño de la Fruta	Promedio del Área-Superficie por Fruta en cm²	Rendimiento ml por c/100 cm² de cáscara	Promedio de Aceite lb/Ton. fruta
Grande	152.9	0.93	14.1
Pequeña	103.0	0.90	15.9

10. Bibliografía

1. Unit Operations in Food Engineering

Autor: Albert Ibarz, Gustavo V. Baldosa Canovas

CRC Press 2003

2. Extracción de aceites esenciales de la naranja variedad Valencia

Autor: Jefferson Cortéz, A.

Universidad Nacional Agraria La Molina, Lima (Perú). Programa Académico de

Industrias Alimentarias.

1973. - Sala de Tesis

6. Diagnóstico de la industria del aceite esencial del limón

Autor: Gonzáles Ramírez, José Angel

1986 - Sala de Tesis Pontificia Universidad Católica del Perú

4. Operaciones de Transferencia de Masa

Autor: Robert Treybal

McGraw-Hill Segunda Edición 1988

5. Solvent extraction in analytical chemistry

Autor: Morrison, George H.

New York, Wiley 1957

3. Extracción de aceite y análisis (Revista)

Luthria

AOCS Publishing (April 30, 2004)